

**REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA SOBRE EL ACEITE DE LA SEMILLA DE
CAMPANO (*Samanea saman*) PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS Y ANÁLISIS
PROXIMAL DE LA TORTA**

**DARIO JOSÉ DORIA DURANGO
JESÚS MANUEL DURANGO GALEANO**

**JENNIFER LAFONT MENDOZA, DRA.
DIRECTORA**

**UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
PROGRAMA DE QUÍMICA**

MONTERÍA- MAYO 2020

**REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA SOBRE EL ACEITE DE LA SEMILLA DE
CAMPANO (*Samanea saman*) PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS Y ANÁLISIS
PROXIMAL DE LA TORTA**

**Trabajo de grado en modalidad monografía como requisito para optar al
título de químico**

**DARIO JOSÉ DORIA DURANGO
JESÚS MANUEL DURANGO GALEANO**

**JENNIFER LAFONT MENDOZA, DRA.
DIRECTORA**

**UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
PROGRAMA DE QUÍMICA**

MONTERÍA- MAYO 2020

Nota de Aceptación

Director del trabajo de grado.
JENNIFER LAFONT MENDOZA, DRA

Jurado.
ADOLFO ENSUNCHO MUÑOZ, M.Sc

Jurado.
AMELIA ANDREA ESPITIA ARRIETA, M.Sc

DEDICATORIA

A Dios, por darme por la fortaleza e iluminar mi mente y por haber puesto en mi camino a aquellas personas que han sido mi soporte y compañía durante esta etapa de mi vida.

A mi madre Derly Durango por motivarme y ser el pilar fundamental de mi vida, sin su ayuda, comprensión y consejos jamás habría logrado alcanzar este logro.

A mi hermana Geraldine Doria por ser la persona presente en todos los momentos de mi vida. Y brindarme apoyo siempre incondicionalmente que lo necesité

A mis hermanos Alex, Jaime, Deimer y demás familiares por su apoyo y comprensión.

A mis amigos de infancia Carlos F. Hernández y Maureen Osorio por todo el apoyo extraordinario que me brindaron durante este largo viaje

A mis amigos de universidad Luis, José, octaviano y Álvaro por todas las enseñanzas y lecciones de vida aprendidas.

A mi amigo y compañero de trabajo de grado Jesús Durango por tener la paciencia, comprensión y fortaleza necesaria para enfrentar cada obstáculo presentado en la finalización de este proyecto.

A Dios por darme la resiliencia para afrontar las adversidades que se presentaron en la realización de este sueño.

Mis padres Luz Galeano y Manuel Durango por siempre creer en este sueño, por su esfuerzo, comprensión y apoyo incondicional. Gracias a ellos he podido culminar con gran satisfacción esta etapa de mi vida.

A mi hermana María Durango y toda mi familia porque cuando tenía inconvenientes estaban ahí, dispuestos a brindar su ayuda y buenos deseos.

A estas personas que desde el inicio de este camino nunca me dejaron solo, siempre me extendieron su mano cuando la necesite y por su ayuda desinteresada estaré eternamente agradecido. Manuel Martínez, Saira Diaz, Luis Vertel y Yuris Benavides.

A mi amigo y compañero de trabajo de grado por darme la oportunidad de emprender este sueño juntos y por nunca desistir cuando se presentaron dificultades, por su paciencia y comprensión, gracias Darío Doria.

Jesús Durango

Dario Doria

AGRADECIMIENTOS

Primero darle gracias a Dios por darnos la fuerza, el conocimiento y la tenacidad para superar los obstáculos que se presentaron y así poder cumplir este sueño.

A nuestras familias por todo el apoyo y esfuerzo que nos brindaron para alcanzar este gran logro, gracias por los sacrificios y la paciencia que demostraron en todos estos largos años ayudándonos a culminar esta etapa de nuestras vidas.

A la profesora Jennifer Lafont Mendoza (Ph.D), agradecerle por su tiempo, apoyo, orientación, dirección, colaboración y sabiduría que nos transmitió en cada uno de los pasos para el desarrollo de este trabajo.

Gracias al grupo de Investigación de Físicoquímica Orgánica a los profesores Luis Carlos Durango y a la profesora Andrea Espitia por todos los conocimientos brindados que fueron de mucha ayuda para culminar este trabajo de grado.

A nuestros amigos y compañeros Saira Díaz, Yuris Benavides, Manuel Martínez, Luis Vertel, Dioris Matos, María Lara, Daniela Ibáñez, Tania Humanez, María León, José Acuña, Octaviano Contreras, Luis Escobar, Álvaro Tirado, Cristian Cardona, José Almario, José Jiménez, Alonso Arteaga, Albert Ortiz, Estefanía Vargas, Yargelys López y Anderson Peinado gracias por su apoyo, comprensión y colaboración.

A la Universidad de Córdoba por permitir formarnos como profesional, al cuerpo docente de la universidad presente en nuestra carrera, los cuales contribuyeron con el desarrollo de esta meta.

Infinitas gracias a cada una de las personas que hicieron posible la realización de este trabajo.

RESUMEN

En el siguiente trabajo se realizó una revisión bibliográfica detallada de los análisis fisicoquímicos del aceite y análisis proximal a la semilla del fruto de campano (*Samanea saman*) así mismo se muestran sus propiedades y la composición química y nutricional del aceite extraído de estas semillas por medio de análisis espectroscópicos.

Para la obtención del aceite de la semilla se especificaron los métodos de extracción comúnmente utilizados, entre los cuales tenemos: mecánica o prensado, la extracción por solvente y la extracción por fluidos supercríticos.

Promediando los resultados del análisis químico de la semilla de *Samanea saman* de varios autores. El contenido de humedad es 9.68 ± 0.113 , de grasa cruda 6.215 ± 1.2 , proteína cruda 23.62 ± 0.2 y contenido de humedad 9.68 ± 0.113 . El aceite de semilla contiene índice de saponificación 195.775 ± 2.2 , índice de yodo $94.81 \pm 1,95$ y índice de peróxido 5.28 ± 0.36 y acidez de 7.28 ± 0.45 .

En el análisis espectroscópico del aceite de la semilla de *Samanea saman*, 2011 Adewuyi *et al.* Reporto un 60% de ácidos graso insaturado y un 40% de ácidos grasos saturados, y en 2014 Rath *et al.* Reporto 68.96% de ácidos graso insaturado Y 30.04% de ácidos graso saturado. Donde está mayor mente constituido por ácido linoleico y oleico.

Palabras claves: Campano, análisis proximal, ácidos grasos, aceite.

SUMMARY

In the following work, a detailed bibliographic review of the physicochemical analyzes of the oil and proximal analysis of the seed of the bell fruit (*Samanea saman*) was carried out, as well as its properties and the chemical and nutritional composition of the oil extracted from these seeds by means of spectroscopic analysis.

To obtain the seed oil, the commonly used extraction methods were specified, among which we have: mechanical or pressing, solvent extraction and supercritical fluid extraction.

Averaging the results of the chemical analysis of the *Samanea saman* seed from various authors. The moisture content is 9.68 ± 0.113 , of crude fat 6.215 ± 1.2 , crude protein 23.62 ± 0.2 and moisture content 9.68 ± 0.113 . The seed oil contains saponification index $195,775 \pm 2.2$, iodine index 94.81 ± 1.95 and peroxide index 5.28 ± 0.36 and acidity of 7.28 ± 0.45 .

In the spectroscopic analysis of seed oil from *Samanea saman*, 2011 Adewuyi et al. I report 60% unsaturated fatty acids and 40% saturated fatty acids, and in 2014 Rath et al. I report 68.96% of unsaturated fatty acids AND 30.04% of saturated fatty acids. Where it is mainly made up of linoleic and oleic acid.

Key words: Campano, proximal analysis, fatty acids, oil.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	1
1. OBJETIVOS	3
1.1. Objetivo general	3
1.2. Objetivos específicos	3
2. CAPITULO I. GENERALIDADES DE LOS ACEITES Y LAS GRASAS	4
2.1. Definición de grasas y aceites.....	4
2.2. Fuentes de obtención de grasas y aceites	4
2.2.1. Fuentes de origen vegetal	5
2.2.2. Fuentes de origen animal	6
2.3. Naturaleza química de las grasas y los aceites.....	7
2.3.1. Triglicéridos.	7
2.3.2. Ácidos Grasos	8
2.4. Propiedades físicas de los ácidos grasos.	11
2.5. Propiedades y reacciones químicas de los ácidos grasos	11
2.5.1. Estructura	11
2.5.2. Hidrólisis básica: Saponificación.....	12
2.5.3. Hidrólisis ácida.....	12
2.5.4. Reacciones de Adición	12
2.5.5. Oxidación.....	14
2.5.6. Reacciones de esterificación y transesterificación.....	14
2.5.7. Descomposición térmica.....	15
2.6. Caracterización fisicoquímica de los aceites.....	16
2.6.1. Color.....	16
2.6.2. Densidad.....	16
2.6.3. Viscosidad Cinemática	17

2.6.4.	Punto de fusión.....	18
2.6.5.	Índice de refracción	18
2.6.6.	Humedad y materia volátil	18
2.6.7.	Índice de Acidez	19
2.6.8.	Índice de Saponificación.....	19
2.6.9.	Índice de Yodo.....	20
2.6.10.	Índice de peróxidos.....	20
2.7.	Usos y aplicaciones de los aceites vegetales.....	20
2.7.1.	Elaboración de pinturas, gomas y barnices	21
2.7.2.	Elaboración de jabones	21
2.7.3.	Usos cotidianos como la elaboración de las comidas.....	21
2.7.4.	Elaboración de margarinas y mantequillas	22
2.7.5.	Elaboración de productos cosmetológicos.....	22
2.7.6.	Elaboración de productos farmacéuticos.....	23
2.7.7.	Elaboración del biodiesel.....	23
3.	CAPITULO II. MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE ACEITES DE SEMILLAS OLEAGINOSAS.....	25
3.1.	Pre-tratamiento de las semillas	25
3.1.1.	Limpieza	25
3.1.2.	Secado de las semillas	26
3.1.3.	Trituración de las semillas.....	26
3.1.4.	Tratamiento térmico de las semillas oleaginosas	26
3.2.	Métodos de extracción de los aceites vegetales	27
3.2.1.	Prensado	27
3.2.2.	Extracción con solventes	33
3.2.3.	Extracción con fluidos supercríticos:.....	39
3.2.4.	Tipos de extracción de los aceites vegetales, técnicas empleadas, ventajas y desventajas.....	41
4.	CAPITULO III: SEMILLA DEL ÁRBOL DE CAMPANO COMO MATERIA PRIMA UTILIZADA EN LA OBTENCIÓN DE ACEITE.....	43
4.1.	Características generales del árbol de campano	43
4.2.	IDENTIDAD.....	44
4.2.1.	Nombre científico preferido.....	44

4.2.3.	Nombres comunes internacionales.....	44
4.3.	Taxonomía	45
4.4.	Descripción.....	46
4.4.1.	Talla.....	47
4.4.2.	Forma	47
4.4.3.	Corteza	47
4.4.4.	Hojas	48
4.4.5.	Madera	48
4.4.6.	Flores.....	49
4.4.7.	Frutos	49
4.4.8.	Semillas	49
4.5.	Distribución Y Hábitat.....	51
4.6.	UTILIDADES	52
4.7.	Desventajas.....	53
4.8.	Crecimiento y desarrollo.....	54
4.9.	Composición química de fruto de <i>Samanea saman</i>	54
4.10.	COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ACEITE DE <i>Samanea saman</i>	56
5. CAPITULO IV: ANÁLISIS EMPELADOS PARA DETERMINAR LAS PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DEL ACEITE DE SEMILLA DE CAMPANO 57		
5.1.	Importancia.....	57
5.2.	Índice de yodo	58
5.2.1.	Reactivos.....	58
5.2.2.	Equipo	58
5.2.3.	Procedimiento.....	59
5.2.4.	Calculo.....	59
5.3.	Índice de saponificación	60
5.3.1.	Reactivos.....	60
5.3.2.	Equipo	61
5.3.3.	Procedimiento.....	62
5.3.4.	Calculo.....	62
5.4.	Índice de Acidez.....	63
5.4.1.	Reactivos.....	63
5.4.2.	Equipo	64

5.4.3.	Procedimiento.....	64
5.4.4.	Calculo.....	65
5.5.	Índice de refracción.....	65
5.5.1.	Reactivos.....	65
5.5.2.	Equipo	66
5.5.3.	Procedimiento.....	66
5.5.4.	Calculo.....	67
5.6.	Índice de peróxidos	68
5.6.1.	Reactivos.....	68
5.6.2.	Equipo	69
5.6.3.	Procedimiento.....	69
5.6.4.	Calculo.....	70
5.7.	Determinación de la densidad.....	71
5.7.1.	Equipos.....	71
5.7.2.	Procedimiento.....	72
5.8.	Determinación del contenido de humedad y materia volátil	74
5.8.1.	Método A	74
5.8.2.	Método B	75
5.8.3.	Método para el cálculo de los resultados.....	76
5.9.	Estudios reportados sobre el perfil de ácidos grasos presentes en el aceite de la semilla de campano	77
5.10.	Identificación del Perfil de ácidos grasos	77
5.10.1.	Cromatografía de Gases.....	78
5.10.2.	Espectrometría de masas (MS).....	79
5.10.3.	Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masa (CG-EM)	79
5.10.4.	Estudios reportados sobre el perfil de ácidos grasos presentes en el aceite de la semilla de campano.....	80
6.	CAPITULO V: ANÁLISIS PROXIMAL, PARÁMETROS PARA OBSERVAR EL VALOR NUTRICIONAL DE LA SEMILLA CAMPANO	84
6.1.	Determinación de proteínas.	84
6.1.1.	Método microkjeldhal, Principio	85
6.1.2.	Equipos y materiales	85

6.1.3. Reactivos.....	85
6.1.4. Procedimiento.....	86
6.1.5. Cálculos.....	88
6.2. Determinación de grasa cruda	89
6.2.1. Principio.....	90
6.2.2. Equipo y materiales	90
6.2.3. Reactivos.....	90
6.2.4. Procedimiento.....	91
6.2.5. Cálculos.....	91
6.3. Determinación de fibra	92
6.3.1. Principio.....	92
6.3.2. Equipo y materiales	92
6.3.3. Reactivos.....	93
6.3.4. Procedimiento.....	93
6.3.5. Cálculos.....	93
6.4. Determinación de cenizas	94
6.4.1. Principio.....	94
6.4.2. Materiales y equipos.....	94
6.4.3. Reactivos.....	95
6.4.4. Procedimiento.....	95
6.4.5. Cálculos.....	95
6.5. Determinación de carbohidratos.....	95
6.6. Determinación de humedad.....	96
6.6.1. Principio.....	96
6.6.2. Materiales y aparatos	96
6.6.3. Procedimiento.....	97
6.7. Estudios reportados del análisis proximal de la semilla de campano.....	97
CONCLUSIÓN	99
APORTES.....	100
BIBLIOGRAFÍA	101

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Esteres de ácidos grasos (grasas o aceites, acilglicerido).....	8
Figura 2. Ácido graso saturado.....	9
Figura 3. Ácido graso insaturado.....	9
Figura 4. Ácidos grasos insaturado.....	10
Figura 5. Estructura de un éster de ácido graso.....	11
Figura 6. Reacción de saponificación.....	12
Figura 7. Hidrólisis acida de una grasa o aceite.....	12
Figura 8. Reacción de hidrogenación.....	13
Figura 9. Reacción correspondiente a la determinación del índice de yodo de una grasa o aceite por el método de Hanus.....	13
Figura 10. Esterificación de ácidos grasos con catálisis ácida.....	15
Figura 11. Trans-Esterificación de lípidos por catálisis ácida.....	15
Figura 12. Reacción de descomposición térmica.....	16
Figura 13. Viscosímetro de Ostwald.....	17
Figura 14. Mecanismo de Transesterificación para obtención de biodiesel.....	24
Figura 15. Esquema de una prensa hidráulica artesanal (Torres, A.; 2018).....	28
Figura 16. Esquema de dispositivos de cajetines para el empleo en prensas de tipo abierto.....	29
Figura 17. Prensa de jaula tipo cerrado.....	30
Figura 18. Esquema de la prensa filtro utilizada para la extracción de aceites vegetales comestibles.....	31

Figura 19. Esquema de la prensa cilindro con agujeros utilizada para la extracción de aceites vegetales comestibles.....	32
Figura 20. Esquema del equipo de extracción por solventes (extractor Bollman).	35
Figura 21. Esquema del equipo de extracción por solventes (extractor de Smet).	36
Figura 22. Esquema del equipo de extracción por solventes (Soxhlet)	37
Figura 23. Diagrama de fases de una sustancia pura	39
Figura 24. Diagrama básico equipo de fluidos supercríticos	41
Figura 25. Árbol de <i>Samanea saman</i>	47
Figura 26. Flor, fruto y semilla de <i>Samanea saman</i>	50
Figura 27. Distribución global de <i>Samanea saman</i>	52
Figura28. Picnómetro Jaulmes.....	68
Figura 29. Picnómetro Gay – Lussac.....	72
Figura 30. Diagrama de los elementos básicos de un cromatógrafo de gases	78
Figura 31. Reacción en la digestión.	87
Figura 32. Reacción que sucede en la destilación.	88
Figura 33. Reacción que sucede en la titulación.	88

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Principales materias primas para la producción de biodiesel.....	24
Tabla 2. Tipos de extracción de los aceites vegetales comestibles, técnicas empleadas, ventajas y desventajas.....	42
Tabla 3. Clasificación taxonómica de <i>Samanea saman</i>	46
Tabla 4. Composición química del fruto de <i>Samanea saman</i>	55
Tabla 5. Resultados de Análisis Bromatológico de <i>Samanea saman</i>	55
Tabla 6. Perfil de ácidos grasos del aceite de semilla de <i>Samanea saman</i>	56
Tabla 7. Masa de la porción de ensayo	64
Tabla 8. Masa de la porción de ensayo	69
Tabla 9. Composición fisicoquímica del aceite extraído de la semilla de <i>Samanea saman</i>	77
Tabla 10. Ácidos grasos presentes en el aceite de semilla de <i>Samanea saman</i> ..	81
Tabla 11. Perfil de ácidos grasos presentes en el aceite de la semilla de <i>S. saman</i>	82
Tabla 12. Perfil de ácidos grasos reportados en el aceite de la semilla de <i>S. saman</i>	83
Tabla 13. Datos reportados del análisis proximal de la harina de semilla de <i>Samanea Saman</i>	98

ABREVIATURA

AO: Aceite de oliva.

AL: Ácido linoleico.

ALA: Ácido alfa linolénico.

ALC: Ácido linoleíco conjugado.

EPA: Ácidos eicosapentaenoicos.

DHA: Ácido docosahexaenoico.

ω : Omega.

NTC: Norma Técnica Colombiana

IS: Índice de saponificación.

FAME: éster metílico de ácido graso.

PM: partículas móviles.

Pc: Presión crítica.

Tc: Temperatura crítica.

Pt: Punto triple.

EFS: Extracción con fluidos supercríticos.

CG: Cromatografía de gases.

EM: Espectrometría de masas.

CG-EM: Cromatografía de gases acoplada con espectrometría de masas.

In: pulgada.

msnm: Metros sobre el nivel del mar.

DAP: Diámetro a la altura de pecho.

IV: Índice de yodo.

I_s: Índice de Saponificación.

n_D^t: Índice de refracción.

ρ: Densidad.

W: Contenido de la humedad y materia volátil.

ELN: Extractos libres de nitrógeno.

INTRODUCCIÓN

Colombia es considerado uno de los países más mega diversos en el mundo, cuenta con miles de especies de plantas que hacen de su riqueza natural un objetivo para las necesidades del hombre; es un país donde se aprovecha de forma sostenible todos sus recursos naturales e impulsan la investigación, innovación y aplicación de estos recursos para un mejor desarrollo del país.

Colombia también posee una gran variedad de ecosistemas distribuidos en todas sus regiones, como en el caso del departamento de Córdoba que se ubica al noroccidente de Colombia, rico en biodiversidad y de clima tropical como selvas, bosques montañosos y sabanas

Con una variedad de plantas que no han sido estudiadas en su totalidad, un ejemplo es *Samanea saman* perteneciente a la familia de las Fabaceae del orden Fabales y genero *Samanea*; es nativo al área desde la Península de Yucatán en México, a través de Guatemala hasta Perú, Colombia y Brasil (Delgado *et al.*, 2014).

El campano es un árbol grande, dominante, de copa umbeliforme y simétrica, ramifica a poca altura, formando una copa ancha o extendida en forma de paraguas; su tronco puede tener hasta 55 cm de diámetro, la corteza es de color gris negruzca, áspera, fisurada, con hendiduras horizontales, desprendible, internamente blanco - rosada y fibrosa, de sabor amargo; produce frutos secos, indehiscentes, tipo vaina, aplanado pero grueso, de 10 a 20 cm de largo y de 1 a 2 cm de ancho; de color café castaño, de forma recta a curvadas, con pulpa interna pegajosa, muy dulce y comestible (Rojas *et al.*, 2014).

La *Samanea saman* es aprovechada útilmente por los gremios ganaderos como árbol de sombra por sus grandes proporciones, así mismo las legumbres largas y negras son muy apreciadas para forraje; las vainas son un importante suplemento para el ganado durante la estación seca y la madera es de alta calidad para muchos propósitos, también proporciona leña y carbón; sus hojas son relativamente no

palatables por lo que no se usan como forraje a pesar de su elevado valor nutritivo y digestibilidad.

Debido a que en la región se desconoce el potencial que tiene la semilla, este está siendo desaprovechado, por tal razón, se llevó a cabo una revisión bibliográfica del estudio químico del aceite extraído de las semillas de *Samanea saman* como también el análisis proximal de su torta, con el fin de dar un valor agregado a la planta y ampliar su uso, para que la semilla sea comercializada ayudando así al crecimiento económico de los habitantes del departamento de Córdoba.

1. OBJETIVOS

1.1. Objetivo general

- Describir los métodos de extracción, caracterización del aceite y análisis proximal de la torta de la semilla de *Samanea saman*, mediante el estudio de la composición química del aceite, de sus propiedades fisicoquímicas y perfil nutricional de la torta, con el fin de proponer otros usos a nivel de la región.

1.2. Objetivos específicos

- Analizar los métodos de prensado y solvente para la extracción del aceite de la semilla de *Samanea saman*.
- Describir los análisis fisicoquímicos del aceite de la semilla de *Samanea saman*.
- especificar los ácidos grasos presentes en el aceite de *Samanea saman*, mediante la técnica de cromatografía de gases acoplados a espectrometría de masas.
- Detallar los diferentes parámetros del análisis proximal de la semilla de *Samanea saman* para observar su valor nutritivo.

2. CAPITULO I. GENERALIDADES DE LOS ACEITES Y LAS GRASAS

2.1. Definición de grasas y aceites

Son compuestos procedentes de los vegetales o animales y que están formados en su mayor parte (90 a 95%) por triglicéridos (ácidos grasos), siendo otros de sus componentes los esteroides, tocoferoles, fosfolípidos, alcoholes grasos, entre otros; se denomina aceites a los compuestos descritos, que son líquidos a temperatura ambiente y los sólidos son denominados grasas a la misma temperatura (Mcmurry, 2012).

Las grasas vegetales se encuentran predominantemente en las semillas y en las Frutas (En su carne), pero también existen en las raíces, ramas y hojas de las Plantas. En algunas semillas, como por ejemplo en la mayoría de los cereales, las Grasas se encuentran casi exclusivamente en el germen (embrión). Las grasas también son producidas por ciertas bacterias, hongos y levaduras, recientemente este hecho ha sido objeto de considerables investigaciones (Rojas, 2019)

2.2. Fuentes de obtención de grasas y aceites

Los lípidos son moléculas hidrófobas que pueden originarse a través de condensaciones de tioésteres o unidades de isopreno. Estos compuestos tienen acciones como: aportadores de energía, estructuradores de la membrana celular, protectores de órganos, mediadores hormonales, entre otros, por lo que se convierten en indispensables para la vida (Serrano & Calle, 2014).

Dentro de los lípidos se consideran diversas moléculas que tienen en común ácidos grasos en su estructura química. Incluye productos tales como triglicéridos o grasas neutras (molécula formada por tres ácidos grasos unidos mediante un enlace éster a glicerol), lípidos estructurales (tales como las lecitinas en las cuales uno de los ácidos grasos es sustituido por un grupo fosfórico), ceras (ésteres de alcoholes de cadena larga de origen vegetal), ácidos grasos libres (procedentes de los procesos de refinado de la industria de aceites comestibles y otras) y jabones cálcicos (molécula sin glicerol y con los ácidos grasos saponificados por el ion calcio) (Duarte *et al.*, 2016).

2.2.1. Fuentes de origen vegetal

Las fuentes más abundantes de los aceites vegetales son las semillas de los frutos y los pericarpios oleaginosos. Entre los más usados están: (canola, oliva, girasol y soja, entre otros). Usualmente los que se utilizan para fines comestibles son consumidos directamente o usados como ingredientes en las comidas. Se extraen por medios mecánicos, en este método las semillas y frutos oleaginosos se someten a un proceso de prensado. (Aleman *et al.*, 2009)

- ❖ **Aceite de canola:** (*Brassica napus*) es una planta oleaginosa muy difundida en el mundo de la cual se obtiene un aceite esencial comestible de excelente calidad. Sus semillas se componen aproximadamente de 55% de aceites y 20% de proteínas. El aceite de canola contiene principalmente ácido linolenico (C18:3), ácido linoleico (C18:2) y ácido oleico (C18:1), a unos niveles de 8% 14% y 45%-65%, respectivamente. Así como también, contiene otros ácidos como el ácido palmítico, ácido esteárico y ácido erúcico, cada uno de los cuales se encuentra en diferentes proporciones dependiendo de algunos factores, como el método de extracción utilizado (Pantoja & Maldonado, 2012)

- ❖ **Aceite de oliva:** El aceite de oliva (AO) es un aceite vegetal de uso principalmente culinario extraído del fruto del Olivo (*Olea europaea*) también conocido como aceituna presenta un alto contenido en ácido oleico (60-80%) y riqueza en componentes menores, incluyendo tocoferoles y compuestos fenólicos, que otras semillas aceites carecen (Cicerale *et al.*, 2009, Paucar *et al.*, 2015)

- ❖ **Aceite de girasol:** Se obtiene mediante el prensado de las semillas de girasol (*Helianthus Annuus*). Contiene un 63-78% de ácido linoleico y bajo contenido de ácido alfa linolénico. (0,06%), el aceite de girasol se caracteriza por una alta relación AL/ALA (1.052/1). El ácido oleico y ácido esteárico son

los principales ácidos grasos mono insaturados y ácidos grasos saturados, respectivamente. El aceite de girasol contiene una buena cantidad de C 18:2, trans-9, cis-12, equivalente al 0,3% de los ácidos grasos totales, así también presenta una no despreciable cantidad de Ácido Linoleico Conjugado (ALC) (C18:2, 9c-11t) (Druart *et al.*, 2014; Duran *et al.*, 2015).

- ❖ **Aceite de soja:** Es el producto a partir del prensado del frijol de soja (*Glycine max*). Industrialmente, forma parte de alimentos para humanos y animales (Henkel, J.; 2003). El aceite de soja presenta altos niveles de ácidos grasos poliinsaturados, siendo el ácido linoleico el principal (53%), ácido oleico 22% y ácido alfa linolénico (0,05%) y ácido palmítico (16,6%) (Li, Y., *et al.*; 2014). Y se utiliza principalmente para freír y cocinar, aunque presenta una estabilidad térmica inferior a otros aceites (Duran *et al.*, 2015)

2.2.2. Fuentes de origen animal

Estos aceites están distribuidos uniformemente en los tejidos y también se les encuentra concentrado en el hígado de algunas especies como el bacalao. Usualmente son utilizados los aceites extraídos de peces, ya que estos son ricos en vitaminas liposolubles y ácidos grasos esenciales altamente poli insaturados de la serie omega-3 tales como los ácidos eicosapentaenoico (EPA) y docosahexaenoico (DHA) (Aleman *et al.*, 2009).

- ❖ **Aceite de pescado:** El aceite de pescado en los últimos años ha tenido un significativo incremento de consumo, debido a su reconocimiento por sus múltiples beneficios nutricionales. El aceite de sábalo, sardina, pescado japonés, arenque y salmón son los principales en importancia comercial (Rojas, 2019). Tradicionalmente los aceites de origen animal son extraídos por calentamiento de los tejidos, lo que permite su separación de las proteínas y de otros componentes como ácidos grasos libres y agua (Torres *et al.*, 2013).

- ❖ **Aceite de ballena:** es obtenido a partir de estos grandes mamíferos marinos, este aceite de color claro, presenta un bajo contenido en ácidos grasos libres y es bastante insaturado, mediante hidrogenación se reduce su grado de insaturación, transformándose en una grasa saturada, usualmente es utilizado para la fabricación de velas (Ortuño, 2006).
- ❖ **Grasas de Cerdo:** Los cerdos contienen grasa de depósito localizada principalmente como capa subcutánea, aunque ésta también se encuentra presente entre los músculos como reserva intermuscular y en la cavidad corporal alrededor de los riñones, región pélvica y corazón. Los principales ácidos grasos saturados (AGS) de la carne porcina son de mayor a menor concentración palmítico (C 16:0), esteárico (C 18:0) y mirístico (C 14:0). El ácido oleico (C 18:1) es el monoinsaturado (AGMI) más abundante seguido del palmitoleico (C 16:1). Los ácidos linoleico (C 18:2), linolénico (C 18:3) y araquidónico (C 20:4) son los principales polinsaturados (AGPI). Los AGS y AGMI son los mayoritarios en los triglicéridos de la grasa de la carne (Braun & Pattacini, 2013).
- ❖ **Grasas de ganado:** La grasa en la carne está presente de tres formas distintas; como grasa intramembranar, en la forma de fosfolípidos; como grasa intermuscular (IMF) y como grasa subcutánea. Los ácidos grasos en la carne bovina pueden ser clasificados en: saturados e insaturados, estos últimos divididos en: mono insaturados y poli insaturados, los cuales se subdividen en 6 (ω 6) y Omega3 (ω 3) (Castañeda & Peñuela., 2010).

2.3. Naturaleza química de las grasas y los aceites

2.3.1. Triglicéridos.

Químicamente se podría definir a los triglicéridos como la unión de tres ácidos grasos a una molécula de glicerina (Tórriz, 2015). Las grasas son triglicéridos, como su nombre implica, los ácidos grasos son derivados de las grasas, los cuales son esteres del glicerol con tres moléculas, generalmente diferentes (Rojas, 2019)

Los triglicéridos son de gran importancia en el desarrollo de nuestro organismo debido a su alto contenido de energía, está presente en los aceites vegetales y en las grasas por lo que es importante no excederse en su consumo (Torres *et al.*, 2013).

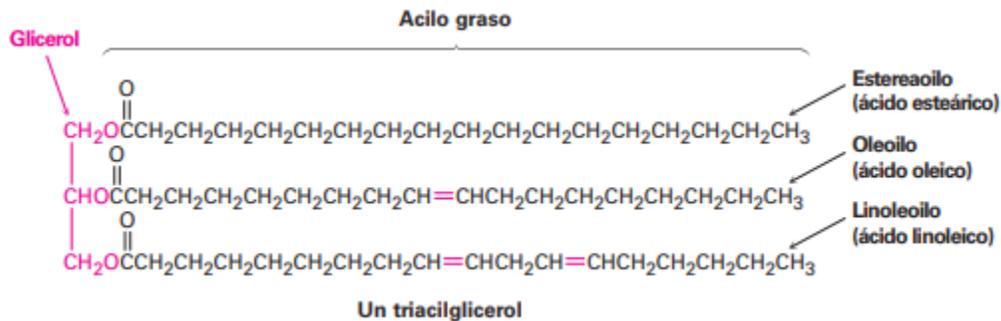


Figura 1. Esteres de ácidos grasos (grasas o aceites, acilglicerido) (Mcmurry, 2012).

2.3.2. Ácidos Grasos

Los ácidos grasos son moléculas formadas por largas cadenas hidrocarbonadas, de estructura lineal, usualmente con un número par de átomos de carbono, y en un extremo un grupo carboxilo. Su fórmula química es CH₃(CH₂)_nCOOH, (n indica la cantidad de grupos metilénicos que forman la cadena hidrocarbonada) (Herrera *et al.*, 2008), la mayoría de los ácidos grasos que se encuentran como glicéridos pueden ser saturados o insaturados.

2.3.2.1. Ácidos grasos saturados

Son aquellos con la cadena hidrocarbonada repleta de hidrógenos, por lo tanto, no tienen ningún enlace covalente doble en su estructura, se encuentran en los lípidos y están esterificados con el glicerol, predominan principalmente en todas las grasas y aceites, aunque se encuentran principalmente en la grasa animal existen también productos vegetales saturados como la manteca de cacao y el aceite de palma, cacahuete y coco (Cabezas *et al.*, 2016).



Figura 2. Ácido graso saturado (Aleman *et al.*, 2009).

2.3.2.2. Ácidos grasos insaturados

Los ácidos grasos insaturados presentan doble enlace y están presente en los aceites vegetales. Los ácidos grasos que contienen menos hidrógenos se llaman ácidos grasos insaturados y se caracterizan por presentar en sus estructuras uno o más dobles enlaces, son de origen vegetal (Pantoja & Maldonado., 2012)

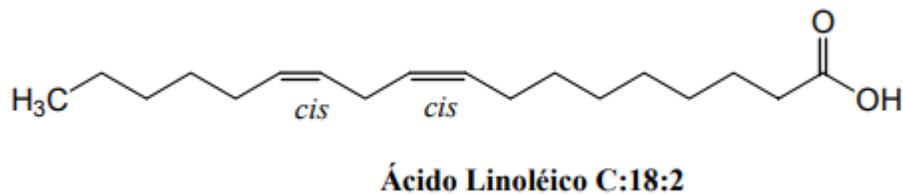


Figura 3. Ácido graso insaturado (Pantoja & Maldonado., 2012).

2.3.2.3. Ácidos grasos monoinsaturados

Son aquellos ácidos de cadena carbonada par y extensa que poseen una sola insaturación en su estructura, es decir, poseen una unión doble enlace carbono-carbono. Los ácidos grasos “cis” monoinsaturados, contienen un solo doble enlace, son flexibles en su único doble enlace y su denominación “cis” significa que tiene los hidrógenos al mismo lado de los carbonos del doble enlace (Velázquez, 2006).

2.3.2.4. Ácidos grasos poliinsaturados

Estos ácidos poseen dos o más pares de átomos de carbono “insaturados” y se conocen como omega (ω); según la ubicación del grupo metilo terminal existen tres familias: ω -3, ω -6 y ω -9 (Hernandez, 2019). Entre los ácidos grasos poliinsaturados, el más abundante es el ácido linoleico, este ácido graso se encuentra sobre todo en los aceites de semillas: girasol, maíz, cártamo, germen de trigo, pepita de uva y cacahuate (Mataix & Gil, 2004).

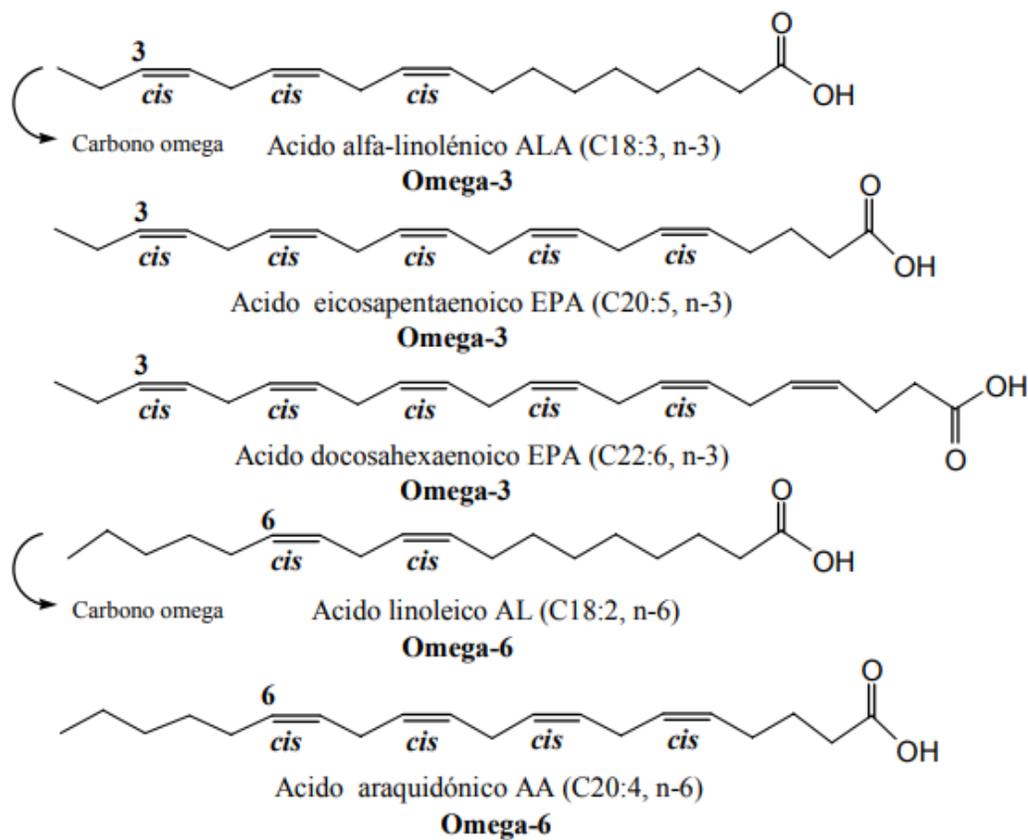


Figura 4. Ácidos grasos insaturado (Pantoja & Maldonado, 2012).

2.3.3. Grasas tras

Son ácidos grasos insaturados que presentan al menos un doble enlace carbono-carbono en configuración “trans” (Hernandez, 2019), se pueden obtener

industrialmente por hidrogenación parcial de aceites vegetales. Son sometidos a este procedimiento para producir grasas más sólidas, más plásticas o más estables, con la finalidad de favorecer en la textura, frescura y estabilidad a los productos industrializados. (Aleman *et al.*, 2009)

2.4. Propiedades físicas de los ácidos grasos.

Las grasas y aceites tienen propiedades físicas en común; ambos son solubles en solventes no polares, menos densos en el agua, tienen altos puntos de ebullición y bajos puntos de fusión. Sus viscosidades son altas comparada con la mayoría de los compuestos orgánicos obtenidos de fuentes naturales. La longitud de la cadena carbonada y la cantidad de enlaces dobles de los ácidos grasos influyen en el punto de fusión de las grasas o aceites y es lo que determina que sean líquidos (aceite) o sólidos (grasas) a temperatura ambiente. (Alemán *et al.*, 2009)

2.5. Propiedades y reacciones químicas de los ácidos grasos

2.5.1. Estructura

Las grasas y aceites son triglicéridos formados a partir del glicerol y ácidos grasos. Estos, los ácidos grasos, por lo general son distintos entre sí y pueden ser saturados o insaturados. Los sustituyentes de los ácidos grasos pueden ser de cadenas carbonadas desde 12 hasta 22 y 24 carbonos (Alemán *et al.*, 2009).

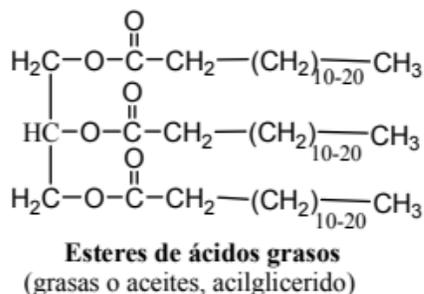


Figura 5. Estructura de un éster de ácido graso (Alemán *et al.*, 2009).

2.5.2. Hidrólisis básica: Saponificación

Es una reacción típica de los ácidos grasos, en la cual reaccionan con bases (NaOH o KOH) y dan lugar a una sal de ácido graso, que se denomina jabón (Christie, 1993; Campbell, 2004)

En la figura 6 se muestra la reacción general de saponificación de un ácido graso.

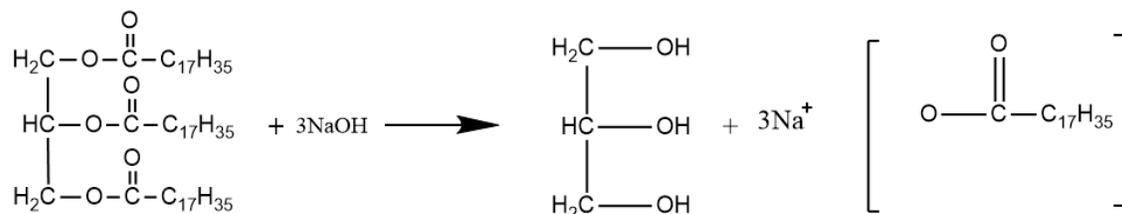


Figura 6. Reacción de saponificación (Toro & Suárez, 2012).

2.5.3. Hidrólisis ácida

Las grasas y los aceites por ser ésteres (triglicéridos), se pueden hidrolizar en medio ácido acuoso produciendo glicerol y los ácidos grasos que le dieron origen. En condiciones apropiadas la hidrólisis da finalmente un equilibrio como el que se describe en la siguiente figura 7. (Christie, 1993; Campbell, 2004)

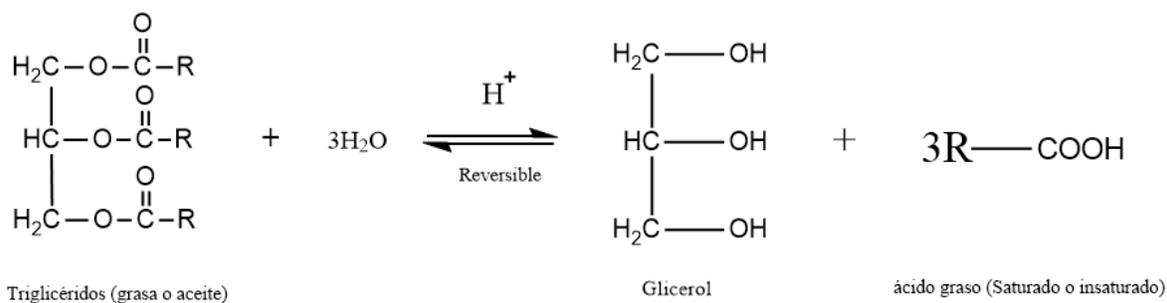


Figura 7. Hidrólisis ácida de una grasa o aceite (Toro & Suárez, 2012).

2.5.4. Reacciones de Adición

2.5.4.1. Hidrogenación

En los aceites predominan los glicéridos formados por ácidos grasos insaturados. Estos, por hidrogenación se transforman en ácidos grasos saturados. Este proceso

transforma aceites vegetales en grasas sólidas, conocidas en el comercio con los nombres de margarinas y mantecas. También en otras ocasiones este proceso se utiliza para la obtención de grasas empleadas como materia prima en la fabricación de velas, jabones y etc. (Alemán *et al.*, 2009)

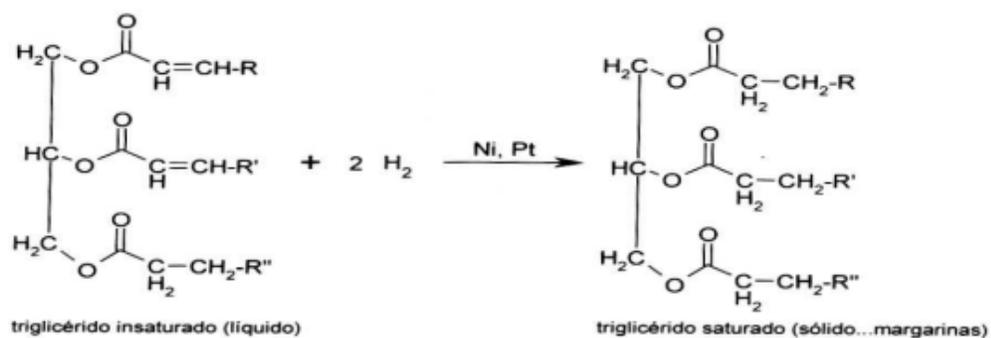


Figura 8. Reacción de hidrogenación (Alemán *et al.*, 2009).

2.5.4.2. Adición de Yodo

Así como el doble enlace de un ácido graso no saturado puede adicionar dos átomos de hidrógeno, también puede incorporar fácilmente a temperatura ambiente dos átomos de yodo. La cuantificación de esta adición se conoce como Índice de yodo (Toro & Suárez, 2012).

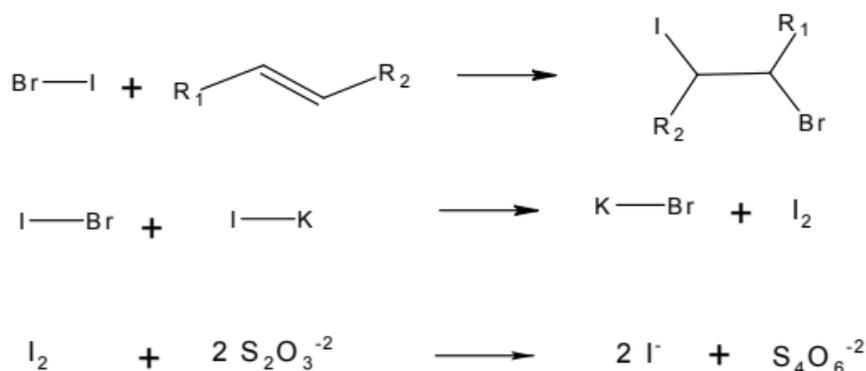


Figura 9. Reacción correspondiente a la determinación del índice de yodo de una grasa o aceite por el método de Hanus (Jurado & Muñoz, 2009).

De acuerdo al índice de yodo los aceites se pueden clasificar en

- ❖ Aceites secantes. Son aquellos que tiene índices de yodo muy elevados que pasan de 120 (como el de linaza y los de pescado). Son los que al exponerse a la acción del aire absorben el oxígeno de este y forman películas transparentes a la goma elástica.
- ❖ Aceites no secantes. Son aquellos aceites que poseen índices de yodo inferiores a 100 (oliva, maní, almendras). Son los que al exponerse a la acción del aire se mantiene líquidos y se espesan un poco.
- ❖ Aceites semisecantes. Son aceites que tiene índices de yodo intermedios. (algodón, ajonjolí, maíz). Estos aceites desecan menos que los secantes y su índice de yodo está comprendido entre 100 y 120 (Díaz & Amaya, 2005)

2.5.5. Oxidación

La autooxidación de las grasas y los aceites ocurre fundamentalmente debido a los ácidos grasos insaturados a través de una serie de reacciones en cadena de radicales libres, pueden auto oxidarse con el oxígeno del aire. Es una reacción espontánea en la que se producen radicales peróxidos y radicales libres, muy reactivos, que provocan en conjunto el fenómeno de enranciamiento de las grasas, que resulta en la formación de una compleja mezcla de compuestos de olores desagradable (Aleman *et al.*, 2009).

2.5.6. Reacciones de esterificación y transesterificación

En la esterificación, un ácido graso se une a un alcohol mediante un enlace covalente, formando un éster y liberándose una molécula de agua. Los ácidos pueden ser esterificados por alcoholes en presencia de un apropiado catalizador ácido (figura 10). El paso inicial es la protonación del ácido para dar el ión, el cual puede sufrir una reacción con el alcohol para dar el intermediario, y este a su vez puede perder un protón para convertirse en el éster. Cada paso en este proceso es

reversible, pero en presencia de un gran exceso del alcohol, el punto de equilibrio de la reacción es desplazado para que la esterificación se realice (Christie, 1993; Jurado & Muñoz, 2009)

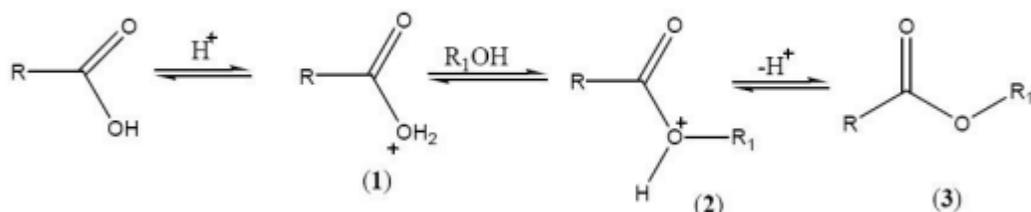


Figura 10. Esterificación de ácidos grasos con catálisis ácida (Christie, 1993; Jurado & Muñoz, 2009).

La transesterificación ocurre bajo condiciones similares (figura 11). La protonación de éster es seguida por la adición del alcohol para dar el intermediario (4) el cual se disocia para posteriormente dar el éster (6). El agua debe ser una vez más excluida. Las condiciones preferidas para esterificación o transesterificación de ácidos carboxílicos son por consiguiente un exceso del alcohol con el que se quiere esterificar y ausencia de agua (Christie, 1993; Jurado & Muñoz, 2009).

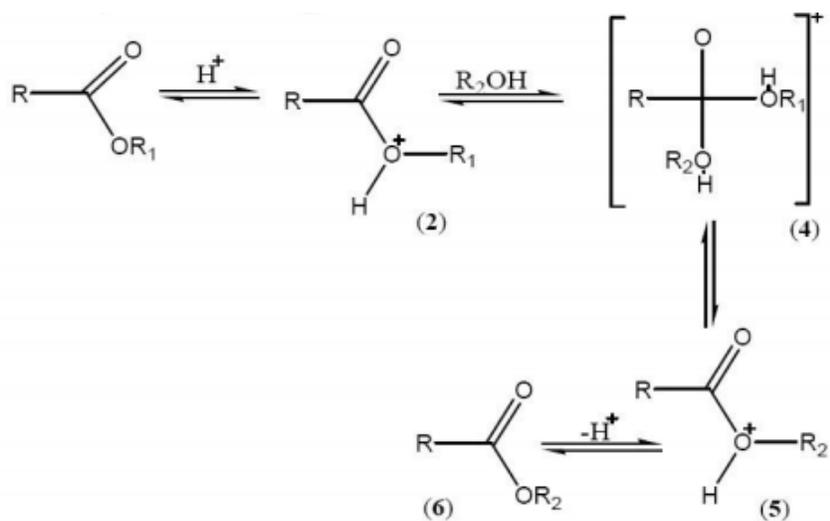


Figura 11. Trans-Esterificación de lípidos por catálisis ácida (Christie, 1993; Jurado & Muñoz, 2009).

2.5.7. Descomposición térmica

Por la acción del calor suave, las grasas funden, pero si la temperatura es elevada los glicéridos se descomponen y la glicerina formada, por deshidratación, se

transforma en acroleína o propenal que tiene olor desagradable. (Hernandez, 2019 ; Aleman *et al.*, 2009).

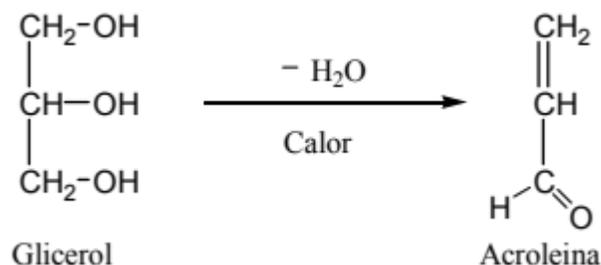


Figura 12. Reacción de descomposición térmica (Aleman *et al.*, 2009).

2.6. Caracterización fisicoquímica de los aceites

2.6.1. Color.

El color de los aceites y grasas es causado por una mezcla de pigmentos entre los cuales se encuentran carotenos, clorofilas, luteína, licopeno, gossipol y otros. Este método se basa en la igualación de color de la muestra con la escala Lovibond (Turégano, 2012).

2.6.2. Densidad

Es la relación entre el peso y el volumen de una sustancia a una temperatura y presión atmosférica definidas (Rodenbush *et al.*, 1999). Esta es una constante que no varía mucho para un aceite determinado cuando esta puro y fresco, pero es afectada por la edad, rancidez y cualquier tratamiento especial que se le haga al aceite. Los valores obtenidos se deben a diferentes ácidos grasos presentes, aumentando cuando incrementa el peso molecular de los ácidos combinados (Bernal, 1998).

En el caso de aceites vegetales es conocido que la densidad de dichos aceites decrece linealmente al aumentar su temperatura. Esta relación se puede formular como.

$$\rho = \alpha + b * T \quad (1)$$

Siendo ρ la densidad expresada en $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$, T la temperatura expresada en $^{\circ}\text{C}$, α es la ordenada en el origen y \mathbf{b} es la pendiente cuyo valor es negativo (Riba *et al.*, 2010).

2.6.3. Viscosidad Cinemática

La viscosidad se puede entender como una medida de la resistencia que ofrece un fluido a fluir. Al aumentar la temperatura de un fluido, sus moléculas en conjunto pueden deslizarse más fácilmente (Riba *et al.*, 2010).

La norma (ASTM D 0445_09_228) es el método más sencillo para medir viscosidades. En este se utiliza un viscosímetro de Ostwald (tubo capilar calibrado mediante el cual se lleva a cabo la medición precisa del flujo entre dos puntos marcados en este) véase Figura 13. En este tipo de viscosímetros generalmente contruidos en vidrio, se determina la viscosidad de un líquido, midiendo el tiempo de flujo (t) de un volumen dado (V) del líquido, entre dos puntos calibrados del tubo capilar, bajo la influencia de la gravedad (Galeano & Guapacha., 2011).

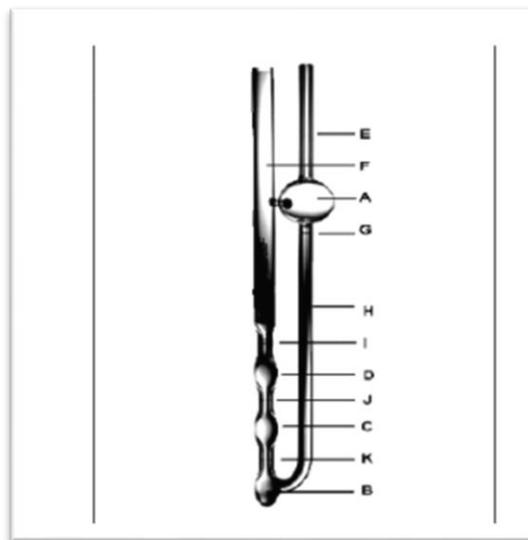


Figura 13. Viscosímetro de Ostwald (Galeano & Guapacha., 2011).

2.6.4. Punto de fusión

Los aceites y grasas generalmente no exhiben un punto de fusión rápido y definido, por lo tanto, el término punto de fusión no implica las mismas características que para las sustancias puras de una naturaleza cristalina definida. Las grasas pasan a través de un estado de ablandamiento gradual antes de que estén totalmente líquidas. El punto de fusión debe entonces definirse como la temperatura en la cual la muestra llega a estar completamente líquida y transparente (Turégano, 2011). Es utilizado para caracterizar aceites y grasas, relacionándolo con sus propiedades físicas como dureza y comportamiento térmico. En los ácidos grasos aumenta con la longitud de la cadena y disminuye con un aumento en el número de dobles enlaces (Graciani, 2006).

2.6.5. Índice de refracción

Es la razón de la velocidad de un rayo de luz en el vacío a la velocidad de luz a través de la sustancia. Es igualmente la relación del seno del ángulo de incidencia al seno del ángulo de refracción y varía con la longitud de onda del rayo de luz refractado y con la temperatura (Montplet, 1984; Toro, & Suárez, 2012). El índice de refracción depende de la composición de la muestra, la temperatura y la longitud de onda de la radiación utilizada. Generalmente se mide a 20, 25 o 40 grados Celsius, tomando como referencia la línea D del sodio (589 nm), y se realizan como mínimo dos mediciones de donde se toma la media, por lo general con cuatro cifras decimales en un Refractómetro de Abbe. Su utilidad radica en casos como la identificación y caracterización de líquidos puros, grasas y aceites, entre otras. En Colombia este parámetro se determina de acuerdo a la norma colombiana ICONTEC 286.

2.6.6. Humedad y materia volátil

Los métodos gravimétricos por volatilización o destilación tienen como fundamento la separación del analito del resto de los componentes de la muestra mediante un procedimiento que involucra la volatilización, evaporación o destilación de determinadas sustancias con la ayuda del calor. Finalmente se pesa con precisión el residuo no volatilizado (NTC, 287; 2018).

El componente a cuantificar (analito) puede ser el residuo que finalmente se pesa o puede ser el compuesto volatilizado. En el primer caso se habla de un método por volatilización directa (pues se pesa directamente el analito) y en el segundo estamos en presencia de un método por volatilización indirecto (puesto que la masa de analito se calcula por diferencia entre la muestra inicialmente pesada (matriz) y el residuo que queda luego de la volatilización (NTC, 287; 2018).

El agua, aunque inmisible con el aceite puede existir en forma de emulsión estabilizada por ciertos componentes. La humedad favorece la hidrólisis, sobre todo en aquellos aceites cuya acidez es muy elevada. Este parámetro mide la presencia de estos productos que deberían haber sido eliminados en una filtración y decantación adecuada (ASTM, 2011).

2.6.7. Índice de Acidez

El índice de acidez representa la cantidad en mg de hidróxido potásico necesaria para la neutralización de los ácidos grasos libres presentes en un gramo de grasa. El resultado de la titulación con álcali en presencia de fenolftaleína se puede expresar también como porcentaje de ácido oleico ($C_{18}H_{34}O_2$) (ICONTEC 218. (Jurado & Muñoz, 2009).

El índice de acidez es una medida del contenido en ácidos grasos libres presentes en grasas y ácidos grasos; además de los ácidos grasos libres, se determinan los ácidos minerales que pudiera haber. El conocimiento del contenido de ácidos grasos libres sirve como prueba de pureza y en ocasiones permite extraer conclusiones acerca del tratamiento o reacciones de degradación que se hayan producido (Matissec *et al.*, 1992).

2.6.8. Índice de Saponificación

El índice de saponificación (IS) representa la cantidad en miligramos de KOH necesaria para la saponificación de un gramo de aceite o grasa. Es una medida de los ácidos grasos libres y combinados que existen en la grasa y es directamente proporcional a su masa molecular media: cuanto menor sea la masa molecular media de los ácidos grasos presentes (es decir, que contenga una mayor proporción de ácidos grasos de cadena corta), mayor será el índice de saponificación. Este

parámetro se utiliza para comprobar la pureza de las grasas y aceites (Matissec *et al.*,1992). Se determina según la norma ICONTEC 335.

2.6.9. Índice de Yodo

Representa el número de gramos de yodo absorbidos por cien gramos de aceite o grasa. La determinación del índice de yodo, consiste en someter una cantidad exactamente pesada de la muestra a la acción del reactivo de Hanus (solución de yodo bromuro en ácido acético) y luego de un tiempo determinado valorar el yodo en exceso, mediante el empleo de solución de tiosulfato de sodio y se expresa como (cg/g), (Díaz & Amaya, 2005). Esta determinación es quizá el mejor método para clasificar los aceites, pues permanece casi inalterada por ligeros cambios en el estado del mismo, además, permite caracterizar la muestra dando una base para saber si es pura o si se encuentra mezclada (Jurado & Muñoz, 2009).

El índice de yodo puede variar ligeramente con la edad y la forma de conservación de las materias grasas. Generalmente los materiales viejos y mal conservados tienen un valor inferior al mismo material fresco y bien conservado. Esta variación es más crítica para los aceites secantes que absorben fácilmente el oxígeno del aire (Díaz & Amaya, 2005). Se determina según la norma ICONTEC 283.

2.6.10. Índice de peróxidos

El índice de peróxido mide el estado de oxidación primaria que ha sufrido la grasa o aceite, expresa el número de mili equivalentes de oxígeno por kilogramo de grasa, se forman en los puntos de insaturación de las cadenas de carbonos de los ácidos grasos formando peróxidos, lo cual genera la oxidación de las grasas, esta es una de las principales causas de su deterioro, y da lugar a la aparición de olores y sabores desagradables, conocidos como enranciamiento (Díaz & Amaya, 2005 Jurado & Muñoz, 2009) y se determina según la norma ICONTEC 236.

2.7. Usos y aplicaciones de los aceites vegetales

En la industria alimentaria el uso y aplicación de las grasas y aceites vegetales es indispensable, sobre todo en la elaboración de productos comestibles donde la grasa es el principal constituyente de las margarinas, mantequilla, grasas de repostería, aceites para ensaladas y para cocinar. La industria de grasas

comestibles es la principal consumidora de grasas y aceites animales y vegetales. Dado a sus características las grasas y aceites aportan consistencia, textura y sabor a diferentes alimentos industrializados (Aleman *et al.*, 2009).

Desde tiempos Antiguos los aceites no solo han estado presente en las artes culinarias, también han servido para uso cosmético y en la fabricación de velas, jabones cremas y ahora en biocombustibles (Rojas, 2019).

2.7.1. Elaboración de pinturas, gomas y barnices

El aceite de linaza es un aceite “secante”, es decir, se oxida con mucha facilidad, dando un barniz transparente, por lo que se emplea desde hace siglos en pintura artística. Aunque ocasionalmente, se ha utilizado en alimentación, y se vende regularmente como suplemento dietético en algunos países (Bravo & Cardona, 2009).

2.7.2. Elaboración de jabones

Los jabones son las sales de los ácidos grasos y se producen por saponificación de los triglicéridos con álcalis, normalmente, hidróxido sódico y potásico.

Las materias primas más importantes para fabricar jabón son el sebo y el aceite de coco. Se emplean también otros materiales como el aceite de palma y aceite de palmiste, otro que puede utilizarse en la fabricación de los jabones es la manteca de semilla de mango además de que sirve como un sustituto de la manteca de cacao. Si es preciso, los aceites pueden tratarse antes de la saponificación, por ejemplo, decolorarse con tierra de batán para eliminar impurezas coloreadas o, en el caso de aceites con un elevado contenido en triglicéridos no saturados, hidrogenarse parcialmente para mejorar el color y la estabilidad (Aleman *et al.*, 2009)

2.7.3. Usos cotidianos como la elaboración de las comidas

Generalmente se utilizan los aceites de origen vegetal para la elaboración de las comidas y/o aderezar las ensaladas, estos son muy ricos en ácidos grasos insaturados y también son fuentes de vitaminas como es el caso del aceite de girasol; que contiene vitamina E (Rojas, 2019). Otros que se utilizan a diario por sus

características saludables son el aceite de maíz, aceite de oliva, este último tiene propiedades especialmente beneficiosas para la salud del cual existen diversas variedades: virgen, extra virgen, de oliva y de orujo. Este aceite comestible tiene el contenido más alto en vitamina E, entre las cualidades del aceite de oliva virgen están el ser un regulador del colesterol y prevenir así la arteriosclerosis (Aleman et al., 2009).

2.7.4. Elaboración de margarinas y mantequillas

Mantequilla y margarina son grasas diferentes y no se puede decir que una sea mejor que otra, si bien es cierto que las margarinas de alto contenido en grasas insaturadas son más recomendables que la mantequilla dentro de una dieta de control de colesterol. Aceites y grasas de origen vegetal constituyen la materia prima de las margarinas. Las margarinas tienen también grasas saturadas, pero menos que la mantequilla y no contienen colesterol. Las más adecuadas son aquellas que contienen en menor proporción grasas "trans" e hidrogenadas. La margarina rica en fitosteroles está indicada para las personas con problemas de colesterol alto en la sangre (Valenzuela, *et al.*, 2010).

Un ejemplo de estos aceites es el aceite de sésamo en el que el ácido graso predominante es el linoléico (alrededor del 45%) seguido del oleico (40%) y pequeñas cantidades de ácido palmítico (10%) y esteárico. El aceite de sésamo es relativamente resistente a la oxidación, más de lo que podría esperarse dado su alto grado de insaturación, debido a la presencia de antioxidantes naturales, como el sesamol (Aleman *et al.*, 2009).

2.7.5. Elaboración de productos cosmetológicos

Desde hace tiempo que se conocen las cualidades de muchos ácidos grasos y otros componentes presentes en los aceites vegetales, cabe destacar la gran cantidad de principios activos que estos contienen y se han identificado en las semillas oleaginosas. Muchos de estos componentes se encuentran todavía en el aceite de cocina o de ensalada, mientras que otros desaparecen parcial o completamente durante el proceso de refinado (Amaya *et al.*, 2007).

Estos aceites vegetales contienen ácidos grasos insaturados, los cuales son materias de gran poder emoliente y rápida absorción, con propiedades dermatológicas comprobadas. Tienen una excelente afinidad con la piel y no son oclusivos ni comedogénicos (Amaya *et al.*, 2007).

Un ejemplo de estos usos es el aceite de aguacate (*Persea gratissima*) que se utiliza como un aceite “sofisticado” para aderezo de ensaladas, elaboración de cremas, shampoo, mascarillas para el rostro, aceites para masajes relajantes, etc. Otro aceite que se utiliza en esta área es el de linaza para la elaboración de cremas exfoliantes. (Aleman *et al.*, 2009).

2.7.6. Elaboración de productos farmacéuticos

Las distintas utilidades que presentan los aceites vegetales han despertado un gran interés en los investigadores expertos de este campo debido a la composición fenólica y actividad antioxidante asociada que estos presentan. Entre los fenoles a destacar se han detectado hidroxitirosol en aceites de oliva, resveratrol en aceites de frutos secos o sesamol en aceite de semillas de sésamo. Cabe destacar que algunas propiedades de los aceites sirven en la elaboración de jarabes (Aleman *et al.*, 2009).

2.7.7. Elaboración del biodiesel

El biodiesel es un biocombustible renovable compuesto por ésteres metílicos o etílicos de ácidos grasos de cadena larga; producido a partir de aceites vegetales o grasas animales. Es un líquido casi incoloro que tiene propiedades similares al diésel obtenido en base al petróleo que son una alternativa viable para sustituir a las gasolinas y gasóleos. En el caso de que los ésteres que componen el biodiesel sean metílicos, se denominan usualmente como FAME, que son las siglas de los ésteres metílicos de ácidos grasos en inglés (Fatty Acid Methyl Ester). Se obtiene en la reacción química del metanol con aceites vegetales (colza, girasol, soja, palma). No contiene azufre y, respecto al diésel derivado del petróleo, disminuye las emisiones de gases de efecto invernadero (CO₂), de monóxido de carbono (CO), de partículas móviles (PM) y de otros productos contaminantes (Galeano & Guapacha., 2011).

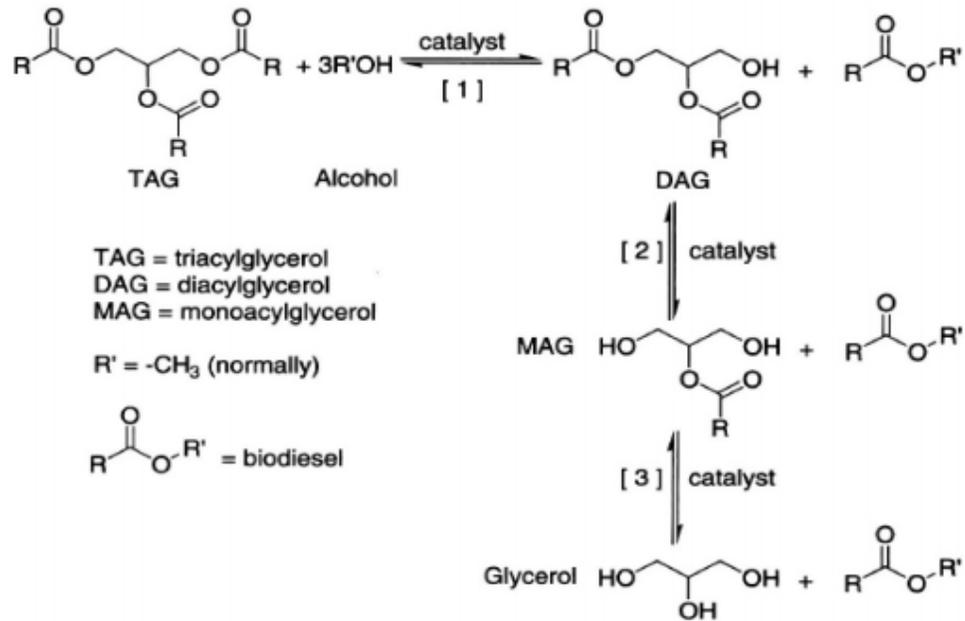


Figura 14. Mecanismo de Transesterificación para obtención de biodiesel (Galeano & Guapacha., 2011).

Tabla 1. Principales materias primas para la producción de biodiesel. (Galeano & Guapacha., 2011).

Tipo de aceite	Especie	Densidad g/cm ³	Punto de inflamación (°C)	Viscosidad cinética (cSt a 40°C)	Acidez (mg KOH/g)
Aceite comestible	Soya	0.91	254	32.9	0.2
	Mostaza	0.91	246	35.1	2.92
	Girasol	0.92	274	32.6	0.15
	Palma africana	0.92	267	39.6	0.1
	Nuez	0.90	271	22.7	3
	Maíz	0.91	277	34.9	0.11
Aceite no comestible	Jatropha curcas	0.92	255	29.4	28
	Palanga	0.90	221	72.0	44
	Mango marino	0.92	-	29.6	20

3. CAPITULO II. MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE ACEITES DE SEMILLAS OLEAGINOSAS

Las oleaginosas son plantas cuyas semillas tienen un elevado contenido de aceite, este término se aplica a todas aquellas semillas que pueden ser procesadas para obtener aceite (Torres, A.; 2018).

Las principales semillas oleaginosas son:

- ❖ Fruto de palma africana (*Elaeis guineensis*)
- ❖ Fruto de olivo (*Olea europea*)
- ❖ semilla de soja (*Glycine max, L., Merr.*)
- ❖ Semilla de algodón (*Gossypium*)
- ❖ Salvado de arroz (*Oryza sativa L.*)
- ❖ Semilla de uva, (*Vitis vinifera L.*)
- ❖ Nuez del coco (*Cocos nucifera L.*)
- ❖ Semilla de girasol (*Helianthus annuus L.*)
- ❖ Germen de maíz, (embriones de *Zea mays L.*)
- ❖ Semilla cártamo (*Carthamus tinctorius L.*)
- ❖ Semilla de maní (*A rachis hypogaea L.*)

Estas son las semillas oleaginosas más conocidas y comercializadas. (Martínez, 2005; Pons, 2015).

3.1. Pre-tratamiento de las semillas

Realizando un tratamiento previo a las semillas para luego ser sometidas a los diferentes métodos de extracción esto ayuda a mejorar el rendimiento en la obtención de aceites (Meyer, 1996 ; Pantoja & Maldonado, 2012)

Las semillas acondicionan previamente de la siguiente forma:

3.1.1. Limpieza

El primer proceso previo a la extracción del aceite es la limpieza de las semillas, con lo cual se logra eliminar los objetos no deseados de la materia prima. En

general, se utilizan cribas planas o tambores rotatorios, eliminándose residuos de estacas, tallos, hojas y demás desechos, al igual que la tierra y la suciedad. Cuando existen partículas de hierro se usan imanes electromagnéticos, instalados en cintas transportadoras (Bailey, 2001).

3.1.2. Secado de las semillas

Para secar la materia prima, generalmente las semillas se coloca a exposición solar: este proceso es realizado con tres finalidades: dar a las semillas la plasticidad que requieren para un prensado eficaz, insolubilizar de los fosfatos y destruir de bacterias y mohos (Valderrama,1994; Bailey, 2001).

3.1.3. Trituración de las semillas

La trituración de las semillas oleaginosas facilita la extracción del aceite por prensado o por acción de los disolventes. Diferentes estudios y pruebas experimentales han revelado que las semillas trituradas muy finas facilitan la extracción por medio de disolventes, ya que existe un menor recorrido entre el disolvente y el aceite, dentro y fuera de la semilla (Bailey, 2001).

El factor que regula la velocidad de extracción del aceite es la resistencia interna de las partículas a la difusión molecular del aceite y el disolvente (Bailey, 2001).

Para la trituración de las semillas se utilizan los molinos de martillos o cizallas, pero cuando se trabajan con semillas duras como las copras y babassú se emplean usualmente los molinos de rodillos o molinos de fricción por discos, ya que son más económicos (FAO/OMS, 1993; Bailey, 2001).

3.1.4. Tratamiento térmico de las semillas oleaginosas

Antes de proceder al proceso de extracción de los aceites, se somete a las semillas a un tratamiento térmico, es decir, la cocción, con el fin de coagular las proteínas de las paredes de las células oleaginosas y hacerlas permeables al paso del aceite (Valderrama, 1994; Bailey, 2001).

Además, el proceso térmico de cocción ayuda a inactivar las enzimas lipolíticas que ocasionan la degradación del aceite, afectando a la calidad nutricional y organoléptica de los aceites (FAO/OMS, 1993).

Estudios han comprobado que el aceite de las semillas oleaginosas es extraído con mayor facilidad por prensado mecánico, cuando han sido sometidas previamente a un proceso de cocción; uno de los efectos de la cocción es unir las pequeñas gotas en otras mayores que puedan fluir más fácilmente de las semillas.

Los objetivos del proceso de cocción son los siguientes (Bailey, 2001).

- a) Coagulación de las proteínas de las semillas: agrupando aceites dispersos y convirtiendo a los sólidos de las semillas permeables al flujo de aceite.
- b) Reducción de la afinidad del aceite hacia las superficies de los sólidos para alcanzar el máximo rendimiento en el prensado.

3.2. Métodos de extracción de los aceites vegetales

Para obtener los aceites de semillas oleaginosas se parte de las semillas preferentemente maduras y previamente tratadas, que suelen contener hasta un 30% más de aceite que las mismas semillas verdes (Balboa, 2015). Existen diversos métodos para la extracción de aceites vegetales comestibles; algunos de ellos se emplean principalmente a nivel industrial, y otros a escala laboratorio y piloto. Dependiendo de la materia prima, se aplican diferentes métodos de extracción, por ende, se obtienen aceites de calidades y porcentajes diferentes, todo depende de los métodos de extracción adecuados (Cefla, 2015).

3.2.1. Prensado

El prensado es una operación unitaria que se basa en la separación del líquido, de un sistema de dos fases sólido-líquido mediante la compresión. El prensado se distingue de la filtración en que la presión se aplica mediante el movimiento de las paredes de retención en vez de emplear el bombeo del material a un espacio fijo (Balboa, 2015)

3.2.1.1. Tipos de prensado

a) **Prensado Discontinuo:** Tipo de prensa utilizado en la antigüedad, prensa que permitía extraer aceites vegetales de consumo humano, aplicando presión a la masa de materia prima empaquetadas en mallas, bolsas u otros envases. Las prensas antiguas estuvieron diseñadas con tornillos, cuñas, palancas, etc.; pero el más utilizado fue el sistema hidráulico (Valderrama,1994). Se clasifican en dos grupos: tipo abierto y tipo cerrado.

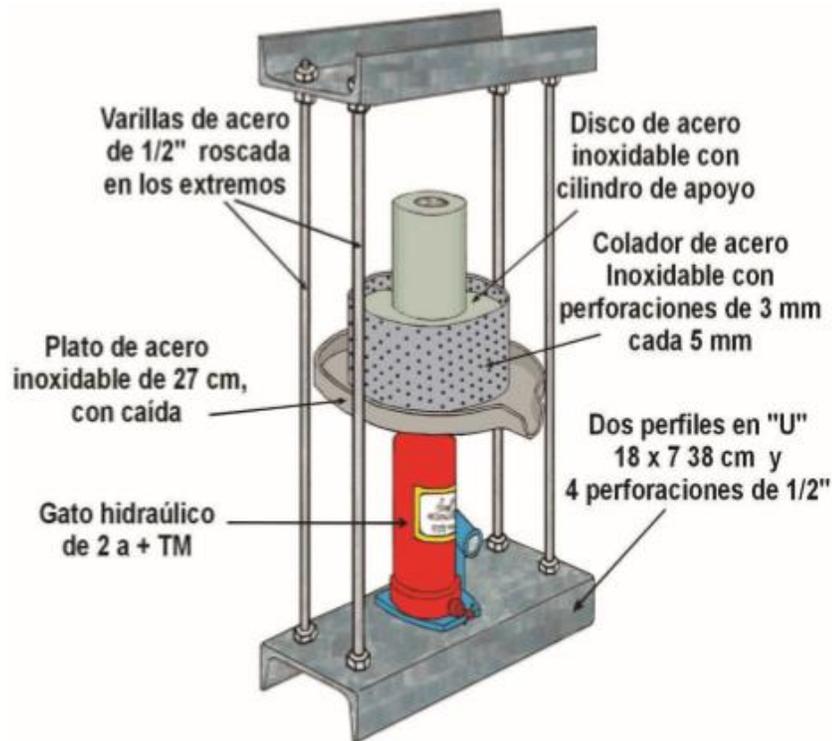


Figura 15. Esquema de una prensa hidráulica artesanal (Torres, 2018).

❖ **Prensas discontinuas tipo abierto:** Prensa que tiene por característica colocar las semillas en filtros de tela. Conformada por 4 columnas verticales dentro de una jaula abierta, con placas horizontales, espaciadas entre 0,075 a 0,125 m. en la

parte posterior existe una placa de fondo, más pesada. La presión se ejerce cuando se levanta el vástago haciendo fluir el aceite receptionándose en una bandeja debajo del bloque (Valderrama,1994; Bailey, 2001).

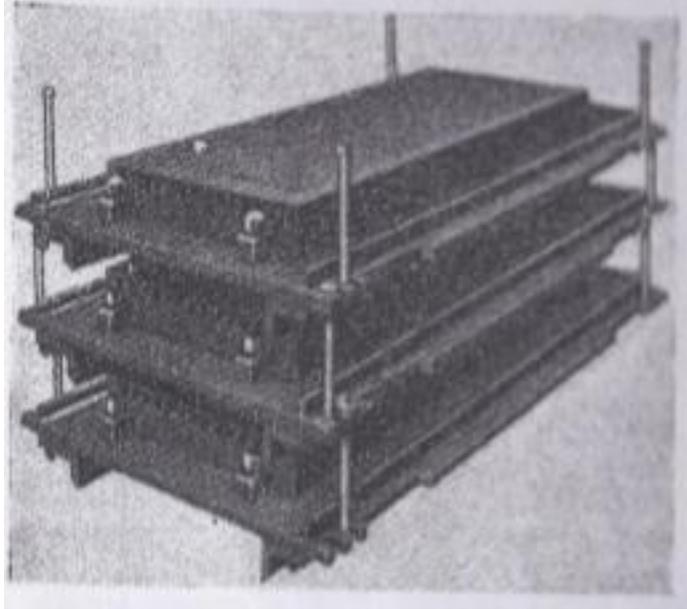


Figura 16. Esquema de dispositivos de cajetines para el empleo en prensas de tipo abierto (Bailey, 2001).

- ❖ **Prensas discontinuas tipo cerrado** Prensa en la cual la muestra o semilla no están en filtros o bolsas, por lo que son colocadas en la jaula. Alcanza altas presiones que las tipo abiertas, ideales para semillas de corteza dura, con alto contenido de aceite y baja fibra como son la copra y el palmiste (Plank, 2005).

Posee jaulas redondas o cuadradas, en su estructura tiene barras muy próximas entre sí o de placas con ranuras. Tiene un ducto por donde se receptiona el aceite extraído. Este ducto aumenta su diámetro de dentro hacia afuera, para evitar la obstrucción con residuos sólidos de la materia prima. Funciona presionando un pistón de abajo hacia arriba infringiendo presión por medio de un vástago que trabaja hidráulicamente. (Bailey, 2001).

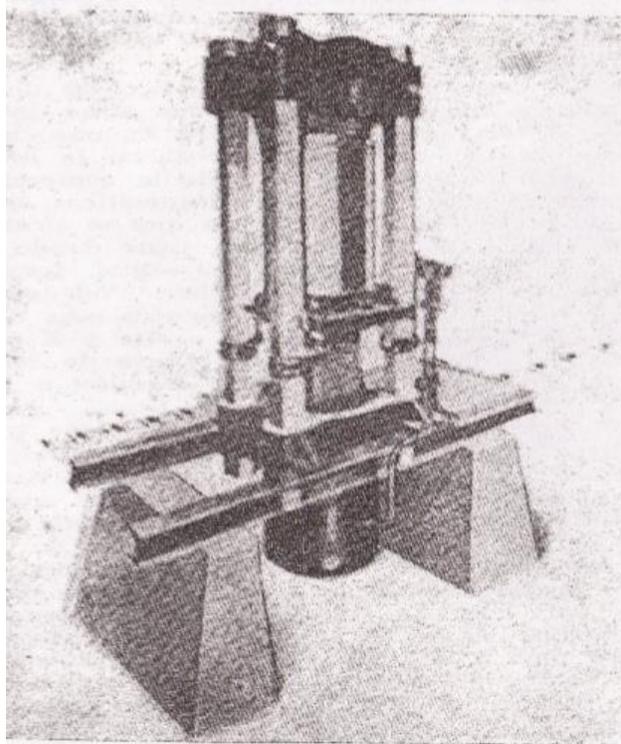


Figura 17. Prensa de jaula tipo cerrado (Bailey, 2001).

b) Prensado continuo: Las prensas expeler o de tornillo son las más comunes, soportan altas presiones normalmente se puede dar 2 o 3 prensadas a la muestra incrementando la presión en cada una de las repeticiones (Bailey, 2001).

Hay variedades de prensas continuas siendo las principales dos diseños de prensa diferenciándose una de la otra por la forma del tornillo el tipo de boquilla, la salida del aceite y de la torta residual (Beerens, 2007).

❖ **Prensa filtro (Strainer press)** Prensa que se asemeja a un colador, llena de orificios y con un tornillo que gira en una jaula de acero, el aceite sale por un espacio que se ubican entre las barras de acero (Beerens, 2007).

El tornillo está diseñado para evacuar el aceite por el extremo de la alimentación hacia la descarga. La torta sale en forma de escamas por la boquilla (Beerens, 2007).

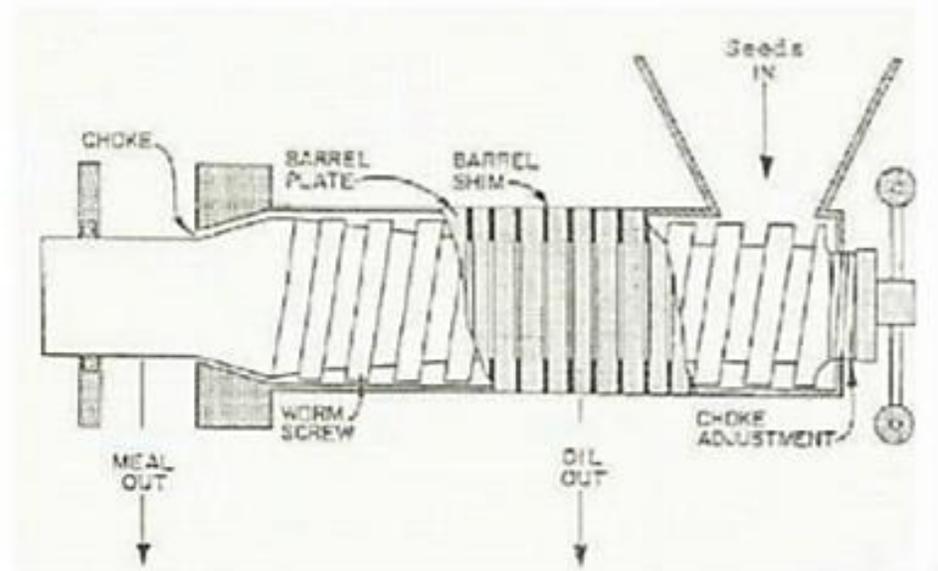


Figura 18. Esquema de la prensa filtro utilizada para la extracción de aceites vegetales comestibles (Beerens, 2007).

- ❖ **Prensa cilindro con agujeros (Cylinder-hole press):** esta prensa funciona de la siguiente manera. se alimenta por una tolva la materia prima, el tornillo sin fin transporta y comprime la materia prima; están equipadas con sistemas de calentamiento (resistencias eléctricas), para incrementar la temperatura de la muestra logrando reducir la viscosidad del aceite de las semillas, el diámetro por donde pasa el tornillo sin fin se incrementa ocasionado que las semillas trituradas se compacten y aumente la presión; luego se expulsa la torta por la boquilla del cilindro y el aceite es expulsado por agujeros perforados en el cilindro de la prensa. (Shahidi, 2005).

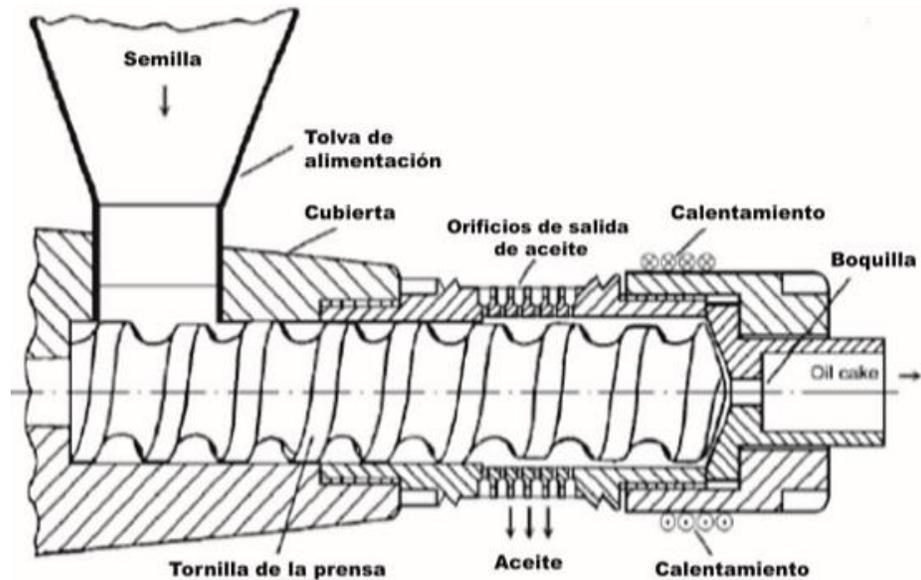


Figura 19. Esquema de la prensa cilindro con agujeros utilizada para la extracción de aceites vegetales comestibles (Beerens, 2007)

c) Prensado en frío El proceso de extracción del aceite por prensado en frío, utiliza las semillas sin impurezas, las mismas que se muelen hasta obtener el aceite por un lado y los desperdicios (pasta) por otro. (Collao *et al.*, 2007).

Una vez acondicionadas (pre-tratamiento 25-35°C) las semillas, se procede a prensarlas, una de las alternativas existentes, es colocar las mismas, dentro de un saco de tela filtrante para extraer la mayor cantidad posible de aceite. La carga de la prensa debe ser rápida, para evitar que las semillas se enfríen y que pierdan el efecto deseado (Aravena, 2000). Las presiones (hasta 60 toneladas) a las que se realizan los ensayos son distintas dependiendo del tipo de prensa y semilla que se utilice. Generalmente se manejan tiempos de 5, 15 y 30 minutos. El procedimiento consiste en colocar las semillas en el cilindro extractor, para ser sometidas lentamente a la presión requerida, con la ayuda de la palanca de activación que mantiene la presión constante durante el tiempo correspondiente para el ensayo, el cual se controla mediante el uso de un cronómetro. (Hernández, 2007).

Durante el prensado no se debe bajar la presión para evitar que la torta reabsorba el aceite. El tiempo de prensado está en función de la presión máxima ejercida sobre la torta y de la velocidad de escurrimiento del aceite. Cabe recalcar que por la viscosidad del aceite, este tiene una lenta velocidad de escurrimiento (Aravena, 2000).

La presión en frío, es un modo de extracción exclusivamente mecánico que se realiza a baja temperatura (temperatura máxima de 45°C) preservando de este modo la proporción de ácidos grasos esenciales, vitaminas y antioxidantes naturales (Almazora, 2010).

Las ventajas del prensado en frío se resumen en que se obtiene un producto con una densidad más uniforme, requiere herramientas menos costosas y es aplicable a cortas corridas de producción. (Groover, 2002).

3.2.2. Extracción con solventes

La extracción por solventes es una operación que tiene por finalidad la separación de uno o más componentes contenidos en una fase sólida, mediante la utilización de una fase líquida o disolvente. Entre más grande sea la superficie de contacto entre la parte sólida y el líquido que le atraviesa aumenta la eficiencia de la extracción y para esto es necesario someter a la parte sólida (muestra) a un pre-tratamiento (Primo, 2007).

Los componentes de este sistema son los siguientes:

- ❖ Sólido: Son los componentes que se transfieren desde el sólido hasta en líquido extractor.
- ❖ Sólido Inerte: Parte del sistema que es insoluble en el solvente.
- ❖ Solvente: Es la parte líquida que entra en contacto con la parte sólida con el fin de retirar todos los compuestos solubles en ella (Primo, 2007).

La extracción de los aceites vegetales mediante solventes es un método muy eficaz, ya que puede reducir el contenido de aceite de las semillas hasta menos de un 1%,

este método es muy utilizado cuando se emplean semillas con bajo contenido de aceite (Bailey, 2001; Torres, 2018).

La extracción con solventes alcanza mayores rendimientos cuando se trabaja en un sistema continuo, en contracorriente, en los que el disolvente y las semillas entran en contacto entre sí por corrientes que se mueven continuamente en direcciones opuestas (Bailey, 2001; Cefla, 2015).

En la industria se utiliza maquinaria especializada como los extractores Bollman y Smet; sin embargo, estos aparatos funcionan con el mismo principio que el extractor Soxhlet (utilizado a nivel de laboratorio); es decir, consiste en el lavado sucesivo de una mezcla sólida, con un determinado solvente, que va extrayendo de la mezcla los componentes más solubles (Fernández, 2001).

3.2.2.1. Extractor Bollman:

El extractor Bollman tiene un mecanismo altamente calificado para la extracción de aceites. Este equipo cuenta con un conjunto de cangilones (especie de pequeños baldes), de fondo perforado que giran en el sentido de las manecillas del reloj, mientras que un solvente cae sobre los sólidos (muestra) depositados en el interior de los cangilones (Vega, 2004).

La cadena de cangilones gira dentro de una carcasa hermética, para impedir la fuga del disolvente. Los cangilones son alimentados automáticamente por una caja situada en la parte superior de la maquinaria. Primeramente, se riega con un extracto de baja concentración. Luego, con un extracto de mediana concentración y finalmente con el disolvente puro. En el proceso se utilizan altas temperaturas (100°C aproximadamente) (Bagué, 2006).

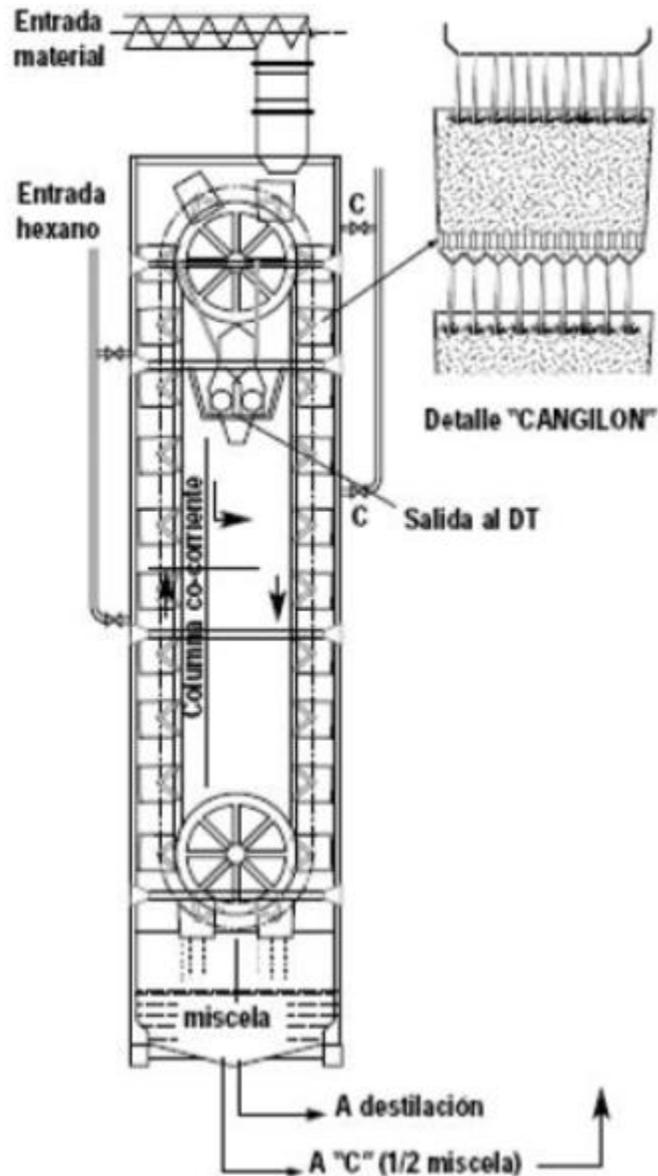


Figura 20. Esquema del equipo de extracción por solventes (extractor Bollman) (Vega, 2004).

3.2.2.2. Extractor de Smet

El extractor de Smet, es uno de los aparatos más manipulados para la producción de aceites. El equipo está constituido por un cuerpo horizontal, provisto con aberturas de gran diámetro por donde es fácil el acceso de los materiales. En el interior del aparato hay una banda o cinta transportadora impulsada por un motor con una variadora de velocidad, la muestra circula por la cinta transportadora, donde queda sometida a un rociado intenso del disolvente (Sánchez, 2003).

Este tipo de extractores cuenta además con una bomba centrífuga, que lo que hace es recoger el solvente utilizado y lo recicla, devolviéndolo al proceso. Posteriormente, se procede a la destilación para separar el aceite del solvente y a su vez la materia prima agotada se seca y tuesta para recuperar el resto del solvente. Se trabaja a una temperatura de 100° C y 10% de humedad (Navarro, 2000).

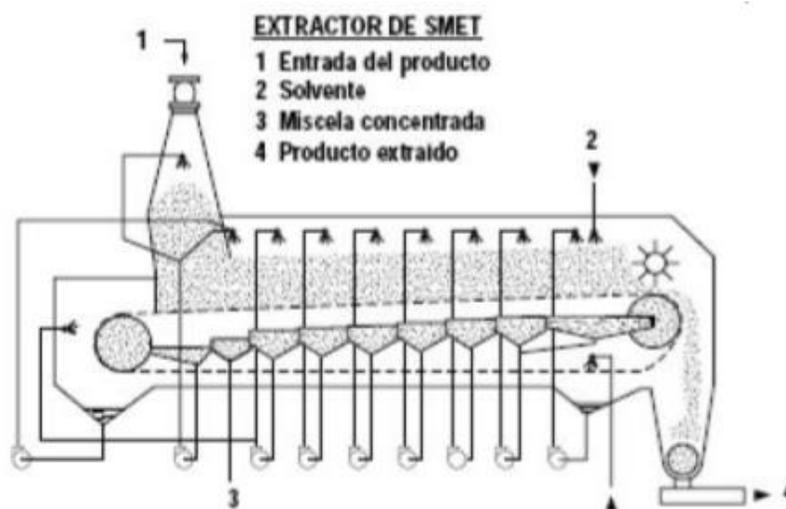


Figura 21. Esquema del equipo de extracción por solventes (extractor de Smet) (Sánchez, P.; 2003).

3.2.2.3. La extracción soxhlet

Es la técnica más antigua para la extracción de analitos desde una matriz sólida a una matriz líquida. La extracción exhaustiva de componentes orgánicos en este sistema se lleva a cabo usando un disolvente orgánico, el cual refluye a través de la muestra contenida en un dedal poroso de celulosa o vidrio. El matraz inferior se calienta y evapora el disolvente, que pasa a través del condensador (Figueroa, 2013).

Cuando el disolvente se condensa, cae gota a gota en el depósito interior, donde se encuentra el sólido sobre el que se ha de realizar la extracción. El disolvente caliente contacta con el sólido y empieza a producirse la transferencia de masa hacia el líquido. El disolvente condensado se acumula en el receptáculo interior del extractor

y, cuando el nivel alcanza el de la válvula interior, el líquido es succionado y devuelto al matraz inferior. El matraz inferior continúa calentándose y el disolvente es destilado de nuevo, repitiéndose así el proceso durante el tiempo necesario, normalmente varias horas, lo que da lugar a decenas de ciclos de extracción. (Figuroa, 2013).

Dado que el punto de ebullición del analito siempre será superior al disolvente empleado, el disolvente destilado no contiene cantidades importantes de este, con lo que nunca se alcanzará el límite de solubilidad del analito en el depósito interior y, por lo tanto, la transferencia de masa desde el sólido hasta el disolvente se estará produciendo hasta que prácticamente desaparezca de la matriz. Esto hace que la extracción soxhlet sea un proceso muy eficaz de extracción sólido-líquido (Figuroa, 2013).

Dada la alta eficacia de la extracción soxhlet, este método se utiliza como referencia para contrastar resultados de extracciones con otros métodos (Figuroa, E.; 2013).

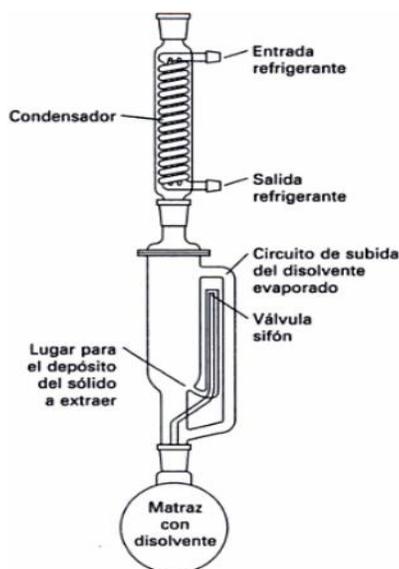


Figura 22. Esquema del equipo de extracción por solventes (Soxhlet) (Gracia, 2001)

Para la extracción con Soxhlet se deben tener en cuenta: la selección del solvente, la matriz sólida y las condiciones de operación.

❖ Selección del solvente

Debe seleccionarse un solvente conveniente de tal forma que ofrezca el mejor balance de varias características deseables (Cefla, 2015).

Alto límite de saturación y selectividad respecto al soluto por extraer, capacidad para producir el material extraído con una calidad no alterada por el disolvente, estabilidad química en las condiciones del proceso, baja viscosidad, baja presión de vapor, baja toxicidad e inflamabilidad, baja densidad, baja tensión superficial, facilidad y economía de recuperación de la corriente de extracto y bajo costo (Cefla, 2015).

Cada solvente diferente produce extractos y composiciones específicos. El hexano, éter etílico, pentano, metanol, éter dimetilico, diclorometano, heptano, acetona, etanol, octano, cloroformo, son los disolventes más utilizados a nivel industrial pero el más usado por cuestiones económicas es hexano (Valderrama,1994). El hexano tiene un rango en el punto de ebullición bastante estrecho, de aproximadamente 63– 69° C y es un excelente solvente de los aceites en lo que se refiere a su solubilidad y facilidad de recuperación. Sin embargo, el n-hexano, el elemento principal del hexano comercial, está ubicado como el número uno en la lista de los 189 contaminantes del aire más riesgosos por la Agencia Americana de Protección del ambiente (Cefla, 2015).

❖ **Características de la matriz**

La extracción con Soxhlet depende fuertemente de las características de la matriz y de las dimensiones de las partículas puesto que la difusión interna puede ser el paso limitante durante la extracción. Ya que cuanto más pequeñas y homogéneas sean estas, mayor será la superficie interfacial y más se favorecerá la operación de transferencia de masa. Sin embargo, tamaños excesivamente pequeños pueden hacer que

las partículas se compacten dificultando la extracción (Cefla, 2015).

❖ Condiciones de operación

Durante la extracción con Soxhlet, el solvente se recupera normalmente por evaporación. Las temperaturas de extracción y evaporación tienen un efecto significativo en la calidad final de los productos. Las altas temperatura de ebullición para la recuperación del solvente pueden disminuirse usando evaporación flash o separación por membrana para recuperar el solvente (Cefla, 2015).

3.2.3. Extracción con fluidos supercríticos:

Un fluido supercrítico es una sustancia que se encuentra por encima de su temperatura crítica y su presión crítica (punto crítico) como se observa en la figura 23. En estas condiciones no son gases, ni líquidos, pero poseen propiedades de ambos que los hacen muy interesantes en procesos de extracción y en cromatografía. Las propiedades físicas como la viscosidad, la difusividad y la densidad, son las que más interesan a la hora de llevar a cabo algunas de sus aplicaciones y éstas se pueden controlar modificando las condiciones de presión y temperatura (Hurtado, 2002; Velásquez, 2008).

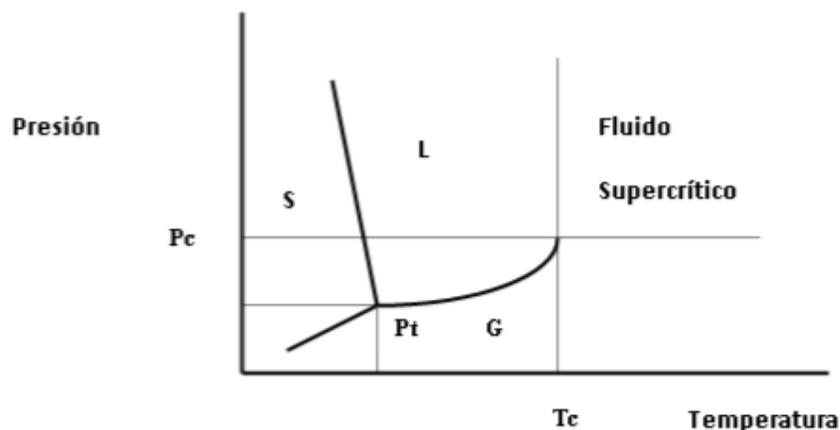


Figura 23. Diagrama de fases de una sustancia pura (S: Sólido, L: Líquido, G: Gas, Pc: Presión crítica, Tc: Temperatura crítica, Pt: Punto triple) (Hurtado, 2002).

La extracción con fluidos supercríticos es una operación unitaria de transferencia de masa que se efectúa por encima del punto crítico del solvente, similar a la extracción clásica con la particularidad de utilizar como agente extractor un fluido supercrítico en lugar de un líquido. El proceso de EFS básicamente consiste de cuatro etapas (Pantoja, 2016).

- ❖ Presurización: Se eleva la presión, por encima de la presión crítica de la sustancia a emplear como solvente.
- ❖ Ajuste de temperatura: Se eleva o disminuye la temperatura, por cualquier medio físico o mecánico, para llevar el solvente a la temperatura adecuada de extracción (por encima de su temperatura crítica).
- ❖ Extracción: El fluido supercrítico entra en contacto con la muestra que contiene el soluto de interés en el extractor.
- ❖ Separación: El solvente se descomprime a una presión inferior a la crítica, lo que provoca que se libere del soluto. (Rivera *et al.*, 2016).

La extracción mediante fluidos supercríticos puede llevarse a cabo de forma estática o forma dinámica. En la forma estática, la celda o cilindro de extracción es presurizado manteniendo cerrada la válvula de salida del extractor. Finalizada la extracción la válvula es abierta, permitiendo el paso del fluido con los compuestos extraídos al sistema de colección (García, 1995; Brunner, 2013). En la forma dinámica el fluido en estado supercrítico se deja fluir de manera continua por el cilindro de extracción, manteniendo las válvulas de entrada y salida del cilindro extractor abiertas durante el tiempo de extracción (Rivera *et al.*, 2016).

La EFS es una alternativa interesante para la obtención de aceites vegetales, ya que no presenta los inconvenientes de los disolventes orgánicos tradicionales y por las ventajas que ofrece el CO₂ supercrítico, mencionadas anteriormente, principalmente la calidad de aceite obtenido por esta tecnología (Rivera *et al.*, 2016).

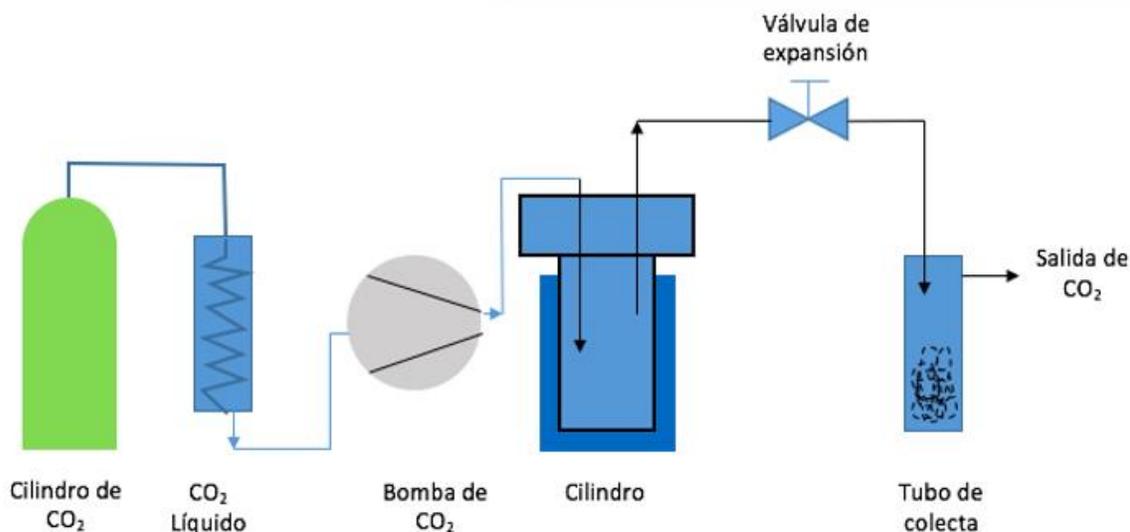


Figura 24. Diagrama básico equipo de fluidos supercríticos (Rivera *et al.*, 2016).

Las principales variables a tener en cuenta para realizar extracción por fluidos supercríticos son: densidad del fluido (Presión y temperatura), tipo de extracción (Dinámica o estática), volumen y velocidad de flujo del disolvente o tiempo de extracción, modificador (tipo y forma de adición), características de la muestra (tamaño de partícula), grado de humedad, entre otras. (Rivera *et al.*, 2016).

3.2.4. Tipos de extracción de los aceites vegetales, técnicas empleadas, ventajas y desventajas

Como ya se dijo anteriormente los aceites de semillas se obtienen por procesos de extracción, ya sea a través de medios mecánicos o por medios químicos (empleo de solventes orgánicos o fluidos supercríticos), o por una combinación métodos. En la tabla 2 se muestra el tipo de técnica que podemos utilizar, las ventajas y las desventajas que tenemos a la hora de extraer aceite de semillas oleaginosas.

Tabla 2. Tipos de extracción de los aceites vegetales comestibles, técnicas empleadas, ventajas y desventajas. (Ali et al., 2012).

Tipo de extracción	Técnicas	Ventajas	Desventajas
Prensado de las semillas	<p>Técnica de prensado en frío y almacenamiento a baja temperatura (4 °C) en la oscuridad</p> <p>Prensa de tornillo y utiliza calentamiento mediante una resistencia eléctrica</p>	<p>Los aceites presentan mejor conservación de los componentes antioxidantes (quercetina y miricetina), comparada con la extracción con solventes</p>	<p>Rendimientos bajos en la producción de aceites</p>
Extracción con solventes	<p>Método Soxhlet usando generalmente hexano</p>	<p>Favorece las características funcionales del aceite como la retención de agua y la estabilidad de emulsión</p>	<p>Provoca pérdidas ligeras de antioxidantes, además cuestiones de salud y seguridad al medio ambiente por el uso del hexano</p>
Extracción con fluidos supercríticos	<p>Uso del CO₂ en estado supercrítico</p>	<p>Rendimientos altos de extracción del aceite, no se requiere eliminar solventes del aceite o de la torta residual</p>	<p>Instalaciones muy costosas</p>

4. CAPITULO III: SEMILLA DEL ÁRBOL DE CAMPANO COMO MATERIA PRIMA UTILIZADA EN LA OBTENCIÓN DE ACEITE.

4.1. Características generales del árbol de campano

Samanea saman (Jacq.) Merr., conocido como saman en español y como monkey-pod en inglés. El nombre común en Hawaii, “monkey pod” o vaina de mono, se debe a su derivación lógica del sinónimo científico del género *Pithecellobium* (que significa arete de mono en griego). Además del nombre saman, el cual es su nombre común a través de la América Latina, el árbol se conoce como mimosa en las Filipinas (Maun, M.,1978; Pasquel, 2006)

Samanea saman es un árbol vigoroso de gran tamaño que alcanza entre 25 y 50 m de altura; la copa es amplia y se dispersa en forma de sombrilla; es deciduo en bosques lluviosos; la floración y emergencia de nuevo follaje está sincronizada; el tronco es irregular y retorcido; la parte inferior está libre de ramas (Staples & Elevitch, 2006; Palma *et al.*,2018). Su corteza es rugosa, pardo grisáceo, con líneas horizontales. Tiene hojas compuestas, alternas, bipinnadas, de 3-9 pares, de 10-34 cm de ancho y de 20-40 cm de longitud, con raquis piloso. Durante los períodos secos, los árboles son semi-decíduos, y pierden sus hojas en poco tiempo. Las hojas son ligeramente sensibles a la luz y se cierran por la noche (Milián *et al.*, 2017 ; Delgado *et al.*, 2014).

Samanea saman se encuentra ampliamente disperso en la mayor parte de las islas caribeñas, principalmente en Cuba, Jamaica, Puerto Rico e Islas Vírgenes, así como en las islas del Pacífico (Delgado *et al.*, 2014); su amplia distribución puede ser el resultado de la dispersión de semillas por el ganado, caballos y el ser humano; forma parte de bosques perennifolios y estacionalmente secos, pero en particular de aquellos abiertos de sabana; crece en mesetas y llanos, con drenaje moderado, donde el rango de temperaturas varía de 20 a 38°C, y la precipitación anual fluctúa de 600 a 2,500 mm, con un promedio de 1,400 mm y en altitudes que van desde el nivel del mar hasta los 1,100 m; se le puede encontrar a campo abierto, en áreas

cultivadas y pastizales, sobreviviendo de dos a seis meses de sequía; es indiferente a la textura del suelo y pH, aunque debe contar con un buen drenaje. (Palma *et al.*, 2018).

4.2. IDENTIDAD

4.2.1. Nombre científico preferido

Samanea saman (Jacq.) Merr. (CABI, 2020).

3.2.2. Nombre común preferido

Árbol de lluvia (CABI, 2020).

4.2.2. Otros nombres científicos

Albizia saman (Jacq.) F. Muell.

Calliandra saman (Jacq.) Griseb.

Enterolobium saman (Jacq.) Prain ex King

Feuilleea saman (Jacq.) Kuntze

Inga saman (Jacq.) Willd.

Microsphaeropsis pittospori

Mimosa saman Jacq.

Pithecellobium saman (Jacq.) Benth.

Zygia saman (Jacq.) A. Lyons

4.2.3. Nombres comunes internacionales

Inglés: árbol de frijol cuervo; vaina de mono

Español: samán

Francés: abre de pluie

Nombres comunes locales

Carreto; cenízaro; cenízero; dormilón; zarza zorra

Bangladesh: rendi koroí

Colombia: campano; genízaro; samaguare

Cuba: algarrobo; algarrobo del país

República Dominicana: guannegoul

Alemania: Regenbaum

Granada: coco tamarindo; tamarindo de vaca

Guyana: tamarindo francés

Haití: guannegoul; samán

India: belati-siris; guango majhamaram; nidra-ganneru; Thoong Moonjii

Indonesia: tamarindo holandés; kihujan; mungur slubin; trembesi

Italia: albero delle pioggia

Jamaica: guango

Países Bajos: regenboom

Perú: huacamayo chico

Puerto Rico: cuervo frijol; dormilón; thibet gigante; guango

Tailandia: vaina de mono

Trinidad y Tobago: coco tamarindo; tamarindo de vaca; samán guerra

Islas Vírgenes de los Estados Unidos: thibet gigante; regaliz

Venezuela: campano; carabelí; coují; lara uero (CABI, 2020).

4.3. Taxonomía

En la tabla 1 se describe la clasificación taxonómica de la planta *Samanea saman*, en la cual se presenta el reino, división, clase, orden, familia, género y epíteto específico.

Tabla 3. Clasificación taxonómica de *Samanea saman* (Biovirtual, 2017).

Reino	Plantae
División	Magnoliophyta
Clase	Magnoliopsida
Orden	Fabales
Familia	Mimosaceae
Género	<i>Samanea</i>
Especie	<i>S. saman</i> (Jacq.) Merr.
Autor	(Jacq.) Merr.

Su nombre binomial es *Samanea saman* (Jacq.) Merr. Posee sinonimia con *Albizia saman* (Jacq), *Pithecellobium saman* y *Mimosa saman* (Jacq). Su etimología *Samanea*, es por su nombre nativo sudamericano samán, se lo conoce también como árbol de la lluvia, campano, cenízaro, cenícero, cenizo, samán y tamarindo. El nombre común en inglés y el que más se usa es el de "raintree" o árbol de lluvia, el árbol hace que sus hojas se cierren, permitiendo que la lluvia pase con facilidad a través de la copa (Pasquel, 2006).

4.4. Descripción

Samanea saman es una especie nativa de la zona intertropical americana que se extiende desde el sur de México hasta Colombia y Brasil, que también se ha introducido en otros continentes como el asiático: específicamente en la India tropical, y también en Bengala; tiene forma de paragua muy extenso, y es extraordinaria extensión de las superficies que cubre ya que su copa llega a medir hasta 50 m o más de diámetro; es un árbol de crecimiento lento, sus raíces son superficiales y es de vida larga; se reproduce por semilla (Agüero *et al.*, 2015).



Figura 25. Árbol de *Samanea saman* (Agüero et al., 2015).

4.4.1. Talla

El árbol de campano generalmente alcanza alturas máximas de 15–25 m (50–80 pies). En casos raros puede alcanzar una altura de 50 m (160 pies). La corona generalmente alcanza 30 m (100 pies) de diámetro. Los árboles muy grandes pueden alcanzar los 50–60 m (160–195 pies) de diámetro. Los árboles de campano generalmente tienen un tronco corto y robusto de aproximadamente 1–2 m (3–6.5 pies) de diámetro a la altura del pecho (dap), pero el tronco puede alcanzar 2–3 m (6.5–10 pies) dap en casos excepcionales. Bajo condiciones de siembra densas, los árboles pueden alcanzar una mayor altura (hasta 40 m, 130 pies) con un diámetro de copa más estrecho que cuando se plantan al aire libre (Staples & Elevitch., 2006).

4.4.2. Forma

El árbol de lluvia tiene una corona distintiva en forma de paraguas. La corona es típicamente ancha y abovedada; la extensión horizontal es mayor que la altura cuando se cultiva en espacios amplios y abiertos. En condiciones de plantación, la corona tiene más forma de florero. (Staples & Elevitch., 2006).

4.4.3. Corteza

En los árboles maduros es gris parduzco a gris oscura, áspera, fisurada longitudinalmente, desprendiéndose en piegzas escamosas irregulares o rectangulares moderadamente gruesas. Bisel de 1 a 2 cm de grueso; chaflan blanco

rosáceo, con 2 a 3 capas de escamas muy gruesas, ritidoma café pálido en el exterior, fibrosa, dura (Maldonado,1998). En los árboles más jóvenes, la corteza es más lisa y de color gris pálido a marrón. La corteza interna es de color claro y amargo.

4.4.4. Hojas

Biparipinnadas, alternas. Pecíolo y raquis de 14 a 20 cm de largo. Pecíolo de 4 a 6 cm de largo, canaliculado con una glándula pardusca pequeña cerca del ápice, ligeramente pulvinado en la base, glabrescente. Raquis angular, piloso luego glabrescente, con una glándula pequeña en el ápice. Pecíolulo cerca de 0.1 cm de largo, piloso. De 2 a 6 pares de pinas opuestas; cada pina de 3 a 12 cm de largo; de 2 a 8 pares de hojuelas opuestas, incrementándose gradualmente en tamaño hacia el ápice. Lamina oblicuamente oblonga, asimétrico-romboidal a asimétrico-obovada, de 1.5 a 4.5 cm de 1 a 3 cm, ápice redondeado-mucronado, base asimétrico-truncada a asimétrico-cuneiforme, con márgenes enteros, membranácea, el haz verde oscuro lustroso y glabro, el envés verde pálido y piloso, luego glabrescente. El nervio principal finamente prominente por abajo, de 6 a 8 pares de nervios secundarios paralelos, distintivos en ambos lados, camptódromo. Retículo de venas visible por arriba (Maldonado,1998).

Durante los períodos secos, los árboles son semi-caducifolios y pierden sus hojas por un período corto. Cuando hay una estación seca definida, pueden permanecer sin hojas durante un período de semanas, pero se vuelven a enfriar rápidamente si hay humedad adecuada. Esto da la apariencia de que el árbol es "perenne" en climas húmedos (Maldonado,1998).

4.4.5. Madera

Albura amarillenta, duramen café oscuro a café chocolate oscuro, tornándose a café dorado, con vetas oscuras cuando proviene de un árbol maduro, dura, pesada, con grano mediano a grueso. Usos: ebanistería, muebles finos, madera aserrada (Maldonado, 1998).

4.4.6. Flores

Las flores son pequeñas, rosáceas o blancuzcas, hermafroditas y agrupadas en umbelas subterminales o axilares, de 4.5 a 5.5 cm de largo; (Staples, G. & Elevitch, C., 2006). Las pequeñas flores (12–25 por cabeza) están concentradas en cabezas rosadas de 5–6 cm (2–2.4 in) de ancho y aproximadamente 4 cm (1.6 in) de altura. Los estambres largos y bicolors (blancos en la mitad inferior y rojizos arriba) le dan a toda la inflorescencia la apariencia de una nube de polvo o un plumero sostenido ligeramente sobre el follaje. Miles de cabezas nacen al mismo tiempo, cubriendo el árbol en flor rosada. La flor central en cada cabeza es más grande, sin tallo, tiene más pétalos e incapaz de formar una fruta; Esta flor es un órgano productor de néctar que atrae a los polinizadores. Por lo general, solo se poliniza una flor por cabeza (rara vez dos) y forma un fruto (Maldonado, 1998).

4.4.7. Frutos

Los frutos son vainas alargadas, indehiscentes, de 10-22 cm de largo, verdes y carnosas antes de madurar, volviéndose marrones con su maduramiento; contienen una pulpa seca, oscura, dulce y nutritiva rodeando 5-10 semillas (Staples & Elevitch, 2006 ; Palma *et al.*, 2018). Frutos observados de febrero a mayo.

4.4.8. Semillas

Las semillas son gruesamente oblongo-elipsoide, de 8–11.5 mm (0.3–0.45 pulg.) De largo, 5–7.5 mm (0.25–0.38 pulg) De ancho, ligeramente aplanado de lado a lado, liso, marrón oscuro brillante con un ligero U- marca en forma de color amarillento en los lados aplanados. Hay de 15 a 20 semillas por vaina (a menudo solo de 5 a 10 semillas por vaina en el rango nativo, donde la depredación de semillas por los insectos representa el resto). Un kilogramo de semillas promedia 4000–6000 semillas (1820–2730 semillas / lb). Las semillas se dispersan fácilmente por el ganado doméstico (ganado, cerdos, cabras) y en menor medida, por animales salvajes (pecaríes, tapires y roedores en el presunto rango nativo), cuyos hábitos alimenticios y capacidad digestiva permiten muy pocas semillas pasar por intacto. Se ha planteado la hipótesis de que los frutos del árbol de la lluvia evolucionaron para su dispersión por los grandes mamíferos que se extinguieron en las Américas

durante las glaciaciones del Pleistoceno. El ganado y otros animales domésticos herbívoros desempeñan hoy de manera eficiente el papel de dispersión de semillas. (Maldonado, 1998).



Figura 26. Flor, fruto y semilla de *Samanea saman* (Palma *et al.*, 2018).

4.5. Distribución Y Hábitat

Se ha cultivado a través de los trópicos como árbol de sombra. Se desarrolla de mejor manera en lugares con precipitaciones por encima de los 1000 mm y en sitios con altitudes por debajo de los 500msnm. Aunque tolera arcillas pesada y suelos infértiles, prefieren suelos aluviales, fértiles y neutros a moderadamente ácidos. No tolera bajas temperaturas siendo 8°C la mínima que puede resistir (Herrera, 1997).

La distribución natural del *Samanea saman* se da a lo largo de la región tropical en el continente americano, encontrándose desde el sur de México hasta el norte de América del Sur. incluyendo Bolivia (Cascante *et al.*, 2002); además, el efecto antrópico sobre la distribución generó la introducción de la especie desde la parte continental de América del Sur a las Islas del Caribe, con el transporte de ganado alimentado con sus frutos; *Samanea saman* se encuentra entre las familias forestales que dominan la vegetación del bosque seco, siendo una especie forestal nativa de los trópicos secos americanos, (Casante *et al.*, 2002), la especie ha sido reportada en México, Guatemala, El Salvador, Nicaragua, Costa Rica, Colombia, Perú, Venezuela, Guyana Francesa, Bolivia y las Antillas, ocupando principalmente, el bioma bosque seco tropical (Cascante *et al.*, 2002; Aguirre, 2017).

Se considera que esta especie es nativa del área que va desde la península de Yucatán en México, a través de Guatemala, Panamá, Venezuela, Colombia, Ecuador hasta Perú, Bolivia, Brasil y las Antillas. En los Estados Unidos de Norteamérica crece en Hawái, Florida, Puerto Rico, las Islas Vírgenes, las Marianas del Norte y también otros países como en Myanmar (Burma), Sri Lanka, la India, Jamaica, Nigeria, Trinidad, Uganda, Sabah, la Isla de Zanzíbar, Fiji y en las Filipinas. (Zamora *et al.*, 1999).

Se propaga sexualmente por medio de estructuras vegetativas. La semilla no necesita tratamiento pre germinativo. El porcentaje de germinación es del 70% a 80% La semilla es pequeña por lo que se siembra inicialmente en camas de germinación (semilleros). Se siembran aproximadamente 2000 semillas por m² a una profundidad de 0.5- 1.5 cm. La germinación comienza a los 10 días y termina a los 30 días. Las plántulas cuando alcanzan 8-10 cm de altura se trasplantan a bolsas

de polietileno y se deben mantener a la sombra por 10 días. Las plantas requieren 3-4 meses en vivero, dependiendo del programa de manejo: riego, fertilizaciones, control de plagas y enfermedades, desyerbes, podas de raíces, etc. (Nazarit, 2014)



Figura 27. Distribución global de *Samanea saman* (CABI, 2020).

4.6. UTILIDADES

Se utiliza principalmente como árbol de sombra y las vainas son un importante suplemento como forraje para el ganado bovino, ovino, caprino y cerdos durante la época de estiaje (Delgado *et al.*, 2014). La pulpa huele a miel y también es consumida por los niños; puede usarse también para elaborar una bebida dulce (Staples & Elevitch., 2006; Palma *et al.*, 2018).

La madera es de alta calidad para muchos propósitos, entre los cuales se incluyen muebles, paneles, chapa decorativa, tornería, bandejas y otras artesanías; se usa también para cercas, construcciones y barcos; en algunos lugares de Centroamérica aún se usan las ruedas de carreta de bueyes hechas de secciones de un único tronco grueso. Su madera es muy utilizada debido a que el poco encogimiento durante el secado permite que se trabaje cuando aún permanece verde y los artículos hechos con madera verde pueden ser secados sin ninguna degradación seria. Aunque en algunos países es considerada como difícil de trabajar, en Hawái donde era utilizada con mucha intensidad y donde el saman ha

sido la principal madera para artesanías tales como tazones tallados o torneados desde 1946, la consideraban como fácil de trabajar. Los altos costos de la mano de obra en Hawái, favoreció a países como Tailandia y Filipinas, donde el saman es muy utilizado en la artesanía de diferentes productos labrados en madera de este árbol y estos países ahora proveen la mayoría de tazones de saman por los que Hawái es famoso (Pasquel, 2006).

las hojas son relativamente no palatables por lo que no se usan como forraje a pesar de su elevado valor nutritivo y digestibilidad; dado lo atractivo de sus flores de color rosa, también se utiliza esta especie como ornamental, aunque cuando se planta a lo largo de carreteras su extenso sistema radical puede levantar y dañar la carpeta asfáltica o de concreto (Staples & Elevitch, 2006; Palma *et al.*, 2018).

En el aspecto medicinal, se considera una planta con actividad antimicrobiana y los compuestos secundarios presentes en ella se pudieran usar con fines terapéuticos. Extractos acuosos de la planta demostraron actividad inhibitoria de *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* y *Candida albican*. Se reportan también varios remedios caseros preparados a partir de varias partes de este árbol; por ejemplo, la corteza hervida se aplica como una cataplasma para curar el estreñimiento; en las Filipinas, se usa una cocción de la corteza interna y hojas frescas para la diarrea; en Venezuela, las raíces se preparan en un té caliente para el cáncer de estómago; en las Indias Occidentales, las semillas se mastican para el dolor de garganta (Staples & Elevitch, 2006; Palma *et al.*, 2018).

4.7. Desventajas

El árbol de lluvia se vuelve muy grande, y esto limita su utilidad en algunas situaciones, especialmente en proximidad a la actividad humana. El hábito de ramificación masiva y el sistema de raíces superficiales pueden interferir con las actividades agrícolas. Por ejemplo, el sistema de raíces puede competir demasiado bien por la humedad y los nutrientes en los sistemas agroforestales con pequeños árboles o arbustos debajo (Maldonado, 1998).

Debido al sistema de raíces poco profundas, el árbol también es susceptible al viento durante los vientos de tormenta, y en los sistemas de pastoreo esto puede

ser peligroso para el ganado. La producción abundante de semillas y la reproducción prolífica en el Pacífico han ayudado a que el árbol de lluvia se naturalice en muchos lugares donde ha sido introducido. Las vainas pegajosas y el desorden de la hojarasca son un fastidio cuando los árboles entran en la fase caducifolia. Sin embargo, donde los animales de pastoreo están presentes, prácticamente todas las vainas se consumirán (Maldonado, 1998).

4.8. Crecimiento y desarrollo

El árbol de lluvia es un árbol de crecimiento moderadamente rápido con tasas de crecimiento típicas de 0.75–1.5 m / año (2.5–5 pies / año). Las plántulas cultivadas en vivero de 3 a 5 meses de edad generalmente tienen una altura de 20 a 30 cm (8 a 12 pulgadas) cuando están listas para la siembra. El crecimiento inicial es lento pero la supervivencia es buena. Dos meses después del trasplante, las plántulas comienzan a verse vigorosas y crecen rápidamente. Los plantones de dos años en plantaciones mixtas alcanzaron 2.9 m (9.5 pies) de altura y en plantaciones monoespecíficas con un espacio de 3 x 3 m (10 x 10 pies) alcanzaron 4.8 m (16 pies) de alto y 6.6 cm (2.6 pulgadas) dap. Los especímenes bien cuidados pueden alcanzar 15 cm (5,9 pulgadas) de diámetro en 5 años (Maldonado, 1998).

4.9. Composición química de fruto de *Samanea saman*

La vaina verdes y maduras de *Samanea saman* es una buena fuente de proteínas y energía, además de la presencia de moderadas cantidades de los principales metabolitos secundarios, entre ellos alcaloides, taninos condensados, saponinas, compuestos nitrogenados, glucósidos, resinas y mucílagos (Delgado *et al.*, 2014; Palma *et al.*, 2018). En las tablas 4 y 5 se muestra con más detalle la composición del fruto.

Tabla 4. Composición química del fruto de *Samanea saman* (Cecconello *et al.*, 2014)

Parámetro	Unidades	Valor
Proteína cruda de la semilla	%	30.05
Proteína cruda del fruto sin semilla	%	12.00
Proteína cruda del fruto completo	%	14.04
Ceniza	%	4.21
Extracto etéreo	%	1.13
ELN	%	43.29
Fibra detergente neutra	%	31.57
Fibra detergente ácido	%	23.71
Celulosa	%	15.97
Hemicelulosa	%	7.86
Lignina	%	7.97
P	%	0.27
Ca	%	0.34
Mg	%	0.13
S	%	0.10
Cu	Ppm	6.90

Tabla 5. Resultados de Análisis Bromatológico de *Samanea saman* (Mestre *et al.*, 2016).

Parámetro	Unidad	Valor
Fe	Ppm	35.20
Zn	Ppm	2.80
B	Ppm	2.40
Mn	Ppm	4.90
Co	Ppm	0.00
I	Ppm	0.00
Humedad	%	14.20
Fibra Bruta	%	51.90
Materia seca	%	85.80
Extracto no nitrogenado	%	10.50

4.10. COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ACEITE DE *Samanea saman*

Rath *et al.*, 2014 señala que el aceite extraído de la semilla contiene una variedad de ácidos grasos que conforman el 30% de saturados, un 24.68% de mono insaturados y 41.43% de polisaturados.

Tabla 6. Perfil de ácidos grasos del aceite de semilla de *Samanea saman*

Nombre	Ácido graso	%
C10:0	Ácido caprico	0.73
C13:0	Ácido tridecanoico	3.27
C15:0	Ácido pentadecanoico	0.69
C18:0	Ácido esteárico	7.59
C20:0	Ácido araquídico	6.71
C22:0	Ácido behénico	8.56
C24:0	Ácido lignocérico	2.50
Σ SAF		30.04
C14:1	Ácido miristoleico	1.45
C16:1	Ácido palmítico	0.81
C18:1 (n-9)	Ácido oleico	20.74
C20:1	Ácido gadoleico	1.68
Σ MUFA		24.68
C18:2 (n-6)	Ácido linoleico	40.20
C20:3 (n-6)	Ácido dihomo-c-linolénico	1.24
Σ PUFA (n-6)		41.43
C18:3n3	Ácido alfa-linolénico	2.85
Σ PUFA (n-3)		2.85

5. CAPITULO IV: ANÁLISIS EMPELADOS PARA DETERMINAR LAS PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DEL ACEITE DE SEMILLA DE CAMPANO

5.1. Importancia

El análisis de las propiedades fisicoquímicas de los aceites, es uno de los aspectos principales en el aseguramiento de su calidad, este es de gran importancia para justificar el cultivo de la especie que lo provee en forma rentable. Existen una gran serie de propiedades e índices que en su conjunto revelan el grado de calidad y conservación del aceite. Ellos son: punto de fusión, solidificación, densidad, índice de refracción, índice de acidez, índice de yodo, viscosidad, saponificación, materia insaponificable e índice de peróxido. Además, las técnicas cromatográficas son de gran utilidad para investigar algunas impurezas (Sánchez & Figueroa, 2013).

La determinación de propiedades fisicoquímicas de un aceite vegetal no conocido puede dar como resultado una nueva fuente de ácidos grasos Omega-3 y 6 los cuales juegan un papel muy importante en la prevención de enfermedades cardiovasculares, reduciendo los factores de riesgo asociados a estas patologías. (Sánchez & Figueroa, 2013).

Un ejemplo de las propiedades que definen la calidad de un aceite es el grado de insaturación que presenten los ácidos que constituyen los glicéridos de un aceite, es decir la cantidad de dobles enlaces, determinará el grado de secantabilidad o poder secante de un aceite. Los que poseen mayor cantidad de dobles enlaces al ser expuestos al aire se oxidan (absorben O_2) espesándose y endureciéndose rápidamente. Los que poseen esta propiedad se denominan secantes y generalmente son de uso industrial. El más representativo es el aceite de lino, luego le sigue el tung. Los aceites que bajo la acción del oxígeno del aire se oxidan, es decir que se espesan y endurecen más lentamente y no por completo, se llaman semisecantes. Aquí se encuentra la mayoría de los aceites comestibles. Por ejemplo, soja, girasol, algodón, etc. (Ramírez, 2008). Por último, los aceites no secantes no solidifican en absoluto, ni siquiera después de largo tiempo. Ejemplo: aceite de oliva y maní (Zuñiga, 2007).

Otro ejemplo sería el índice de yodo. Si este índice está aproximadamente en 105 contiene glicéridos de puntos de fusión lo suficientemente altos como para depositarse en forma de cristales sólidos cuando se mantienen a temperaturas moderadamente bajas. Esto perjudica las propiedades del aceite (Ramírez, 2008).

5.2. Índice de yodo

El índice de yodo (IV) es una medida del número total de dobles enlaces presentes en grasas y aceites. Se expresa como el número de gramos de yodo que reaccionará con los dobles enlaces en 100 gramos de grasas o de aceites.

Los dobles enlaces presentes en los ácidos grasos no saturados reaccionan con el yodo, o algunos compuestos de yodo, formando compuestos por adición. Por lo tanto, mientras más bajo es el Índice de Yodo, más alto es el grado de saturación de una grasa o aceite.

El índice de yodo se realiza con la NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 283

5.2.1. Reactivos

- ❖ Yoduro de potasio (KI) 150 g/l (15 %), que no contenga yodato o yodo libre.
- ❖ Solución de almidón: se mezclan 10 g de almidón soluble en 30 ml de agua en ebullición y se adiciona agua hasta completar 1000 ml. Se mantiene en ebullición por 3 min y se deja enfriar.
- ❖ Tiosulfato de sodio: solución volumétrica de concentración 0,1 mol/l de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, que no tenga más de 7 d de estandarizada.
- ❖ Solvente: cloroformo o tetracloruro de carbono.
- ❖ Reactivo de Wijs: que contiene monoclóruo de yodo en ácido acético La relación I/Cl debe estar entre los límites de 1,00 y 1,20
- ❖ Acetato de mercurio al 2,5 % en ácido acético glacial. (Opcional)

5.2.2. Equipo

- ❖ Matraz cónico o Erlenmeyer, con capacidad de 500 ml, provisto con tapa de vidrio esmerilada y que esté completamente seco.
- ❖ Balanza analítica, capaz de pesar con una precisión de 0,0001 g.

5.2.3. Procedimiento

Al matraz cónico de 500 ml se adiciona el volumen de solvente indicado. Se adiciona con una pipeta 25 ml del reactivo de Wijs. Se tapa el matraz y se mantiene en un lugar oscuro durante el tiempo establecido.

Se prepara el blanco con solvente y el reactivo de Wijs.

Para las muestras que tienen un índice de yodo por debajo a 150 se deja el matraz en un sitio oscuro por 30 min.

Opcionalmente, se puede emplear como catalizador de la reacción 10 ml de una solución de acetato de mercurio al 2,5% en ácido acético glacial. En este caso la muestra se deja en reposo en un sitio oscuro durante 5 min a 10 min.

Para muestras con un índice de yodo por encima de 150 y para productos polimerizados y aceites que contiene ácidos grasos conjugados y aceites que contengan ácidos grasos Keto y para productos oxidados en una cantidad importantes, se deja el matraz en la oscuridad por 2 h.

Al final del tiempo de reacción se adicionan 20 ml de yoduro de potasio y 100 ml de agua.

Se titula con una solución normalizada de tiosulfato de sodio 0,1N hasta obtener una coloración amarilla producida por la casi desaparición del yoduro. Se adicionan unas gotas de la solución de almidón del 15 % y se continua la titulación hasta que el color azul desaparezca después de una agitación vigorosa. La determinación del punto final se puede también realizar de manera potenciométrica.

Paralelamente, se lleva a cabo la determinación empleando el blanco en las mismas condiciones.

5.2.4. Calculo

El índice de yodo, V.I., expresado en gramos por 100g de grasa, está dado por la ecuación:

$$V. I. = \frac{12,69 c (V_1 - V_2)}{m} \quad (1)$$

Donde:

c = es el valor numérico de la concentración de la solución del tiosulfato de sodio, en moles por litro.

V_1 = es el valor numérico del volumen, en mililitros, de la solución de tiosulfato de sodio empleado en el blanco.

V_2 = es el valor numérico del volumen, en mililitros, de tiosulfato de sodio usado para la determinación.

m = es el valor numérico de la masa de la porción de ensayo, en gramos.

5.3. Índice de saponificación

Se expresa en mg de KOH requeridos para saponificar 1 g de grasa (incluye a los ácidos libres y esterificados). Si los triglicéridos contienen ácidos grasos de bajo peso molecular, el número de moléculas presentes en 1 g de muestra será mayor que si los ácidos poseen pesos moleculares más altos, por lo tanto, los aceites con menor peso molecular de ácidos grasos presentarán índices de saponificación mayores. En otras palabras, constituye una medida del peso molecular medio de los triglicéridos constituyentes (Serna & Lopez, 2010).

El índice de saponificación se realiza con la NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 335

5.3.1. Reactivos

Todos los reactivos deben ser de un grado analítico reconocido y el agua que se use debe ser destilada o de una pureza equivalente.

- Hidróxido de potasio, (KOH) \approx 0,5 mol/ l solución en 95 % (V/V) etanol.

Esta solución debe ser incolora o amarillo paja. Se puede preparar una solución incolora estable por cualquiera de los siguientes procedimientos.

- a) Se hace refluir 1 L de etanol con 8 g de hidróxido de potasio y 5 g de una ayuda de ebullición por 1 h., luego se destila inmediatamente. Se disuelve la cantidad requerida de hidróxido de potasio en el destilado. Se deja en

reposo por varios días, luego se decanta el líquido que sobrenada del carbonato de potasio depositado.

- b)** Se añaden 4 g de terbutilato de aluminio a 1 L de etanol y se deja en reposo la mezcla por varios días. Se decanta el líquido que sobrenada y se disuelve en él la cantidad requerida de hidróxido de potasio. Se deja en reposo por varios días, luego se decanta el líquido que sobrenada del carbonato de potasio depositado.

Se almacena esta solución en una botella de vidrio amarillo o café equipada con un tapón de caucho, y se decanta para uso.

- ❖ Ácido clorhídrico: Solución volumétrica estándar, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/L}$.
- ❖ Indicador: Fenolftaleína 10 g/l solución en 95 % (V/V) etanol, o azul de metileno, 20 g/L solución en 95 % (V/V) etanol.
- ❖ Ayudas de ebullición

5.3.2. Equipo

- ❖ Matraz cónico o Erlenmeyer

De 250 ml de capacidad, hecho de vidrio resistente al álcali y con cuello esmerilado.

- ❖ Condensador de reflujo

Con una junta de vidrio esmerilado que encaje en el matraz cónico o Erlenmeyer

- ❖ Dispositivo calentador

(Un baño de agua, plancha eléctrica u otro aparato adecuado). No es adecuada una llama directa.

- ❖ BURETA

De 50 ml de capacidad, graduada en divisiones de 0.1 ml.

- ❖ Pipeta

De 25 ml de capacidad.

5.3.3. Procedimiento

Se pesan 2 g de la muestra de ensayo, con aproximación de 5 mg en un matraz cónico.

Se añaden a la porción de ensayo, con una pipeta de 25,0 ml de la solución etanólica de hidróxido de potasio y algunas ayudas de ebullición. Se conecta el condensador de reflujo al matraz o Erlenmeyer, se coloca este sobre el dispositivo de calentamiento y se deja ebullición ligeramente, agitando esporádicamente, por 1 h o por 2 h, en el caso de aceites y grasas que tengan un punto de fusión alto y que sean difíciles de saponificar.

Se añaden a la solución caliente de 0,5 ml a 1 ml de solución fenolftaleína y se titula con la solución volumétrica de ácido clorhídrico estándar hasta que desaparezca el color rosa indicador. Si la solución está muy coloreada, se usan de 0,5 ml a 1 ml de solución de azul de metileno.

5.3.4. Calculo

El índice de saponificación I_s se obtiene por la fórmula:

$$I_s = (V_0 - V_1) * c * 56,1/m \quad (2)$$

Donde:

V_0 = es el volumen, en mililitros, de la solución volumétrica normalizada de ácido clorhídrico que se usa para el ensayo en blanco.

V_1 = es el volumen, en mililitros, de la solución volumétrica estándar de ácido clorhídrico que se usa para la determinación.

c = es la concentración exacta, en moles por litro, de la solución volumétrica estándar de ácido clorhídrico.

m = es la masa, en gramos, de la porción de ensayo.

5.4. Índice de Acidez

El índice de acidez representa la cantidad en mg de hidróxido potásico necesaria para la neutralización de los ácidos grasos libres presentes en un gramo de grasa. El resultado de la titulación con álcali en presencia de fenolftaleína se puede expresar también como porcentaje de ácido oleico ($C_{18}H_{34}O_2$) (ICONTEC 218. Galeano, G.; 2001).

El índice de acidez es una medida del contenido en ácidos grasos libres presentes en grasas y ácidos grasos; además de los ácidos grasos libres, se determinan los ácidos minerales que pudiera haber. El conocimiento del contenido de ácidos grasos libres sirve como prueba de pureza y en ocasiones permite extraer conclusiones acerca del tratamiento o reacciones de degradación que se hayan producido (Matissec *et al*; 1992)

El índice de acidez se realiza con la NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 218.

5.4.1. Reactivos

Todos los reactivos deben ser de grado analítico reconocido. El agua usada debe ser agua grado tres según la norma ISO 3696.

- ❖ Etanol del 95 % (V/V)
- ❖ Hidróxido de sodio o potasio, solución volumétrica normalizada, $c(\text{NaOH})$ o $(\text{KOH}) = 0,05 \text{ mol/L}$.
- ❖ Hidróxido de sodio o potasio, solución volumétrica normalizada, $c(\text{NaOH})$ o $(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$.
- ❖ Hidróxido de sodio o potasio, solución volumétrica normalizada, $c(\text{NaOH})$ o $(\text{KOH}) = 0,25 \text{ mol}$.
- ❖ Hidróxido de sodio o potasio, solución volumétrica normalizada, $c(\text{NaOH})$ o $(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/L}$.
- ❖ Fenolftaleína, 10 g/L en solución etanólica 95 % (V/V).
- ❖ Azul álcali 6B, o (en el caso de grasas oscuras), timolftaleína, solución etanólica de 20 g/L al 95 % (V/V).

5.4.2. Equipo

- ❖ Microbureta de 10 ml de capacidad, con subdivisiones de 0,02 ml.
- ❖ Balanza analítica, con capacidad de pesar con la aproximación requerida 1.

5.4.3. Procedimiento

Se pesa en el matraz una masa de muestra cómo se indica en la Tabla 7, de acuerdo al porcentaje de acidez esperado y al color.

Es conveniente que la masa de la porción de ensayo y la concentración del titulante sean tales, que el volumen gastado en la titulación no sea superior a 10 ml.

Tabla 7. Masa de la porción de ensayo (NTC 218)

Porcentaje de acidez esperado	Masa de la porción de ensayo	Concentración de la solución de álcali	Precisión en el pesaje
<1	28,0	0,05	0,02
1 a 4	7,0	0,10	0,02
4 a 15	2,5	0,25	0,01
15 a 75	0,5	0,5	0,001
>75	0,1	0,5	0,0002

En un segundo matraz, se calientan a ebullición 50 ml del etanol que contiene 0,5 ml del indicador de fenolftaleína. Mientras la temperatura del etanol está aún sobre 70 °C, se neutraliza cuidadosamente con una solución de hidróxido de sodio o potasio de 0,1 mol/L.

El punto final de la titulación se alcanza cuando la adición de una gota de álcali produce un cambio de color, ligero pero definitivo, que permanece por lo menos 15s.

5.4.4. Cálculo

El índice de ácido es igual a:

$$\frac{56,1*V*c}{m} \quad (3)$$

Donde:

V = es el volumen, en mililitros, de la solución volumétrica normalizada de hidróxido de potasio o sodio usada.

c = es la concentración exacta, en moles por litro, de la solución volumétrica normalizada de hidróxido de sodio o de potasio.

m = es la masa, en gramos, de la porción de ensayo.

5.5. Índice de refracción

Es la razón de la velocidad de un rayo de luz en el vacío a la velocidad de luz a través de la sustancia. Es igualmente la relación del seno del ángulo de incidencia al seno del ángulo de refracción y varía con la longitud de onda del rayo de luz refractado y con la temperatura (Montplet, 1984; Toro & Suárez, 2012).

El índice de refracción depende de la composición de la muestra, la temperatura y la longitud de onda de la radiación utilizada. Generalmente se mide a 20, 25 o 40 grados Celsius, tomando como referencia la línea D del sodio (589 nm), y se realizan como mínimo dos mediciones de donde se toma la media, por lo general con cuatro cifras decimales en un Refractómetro de Abbe. Su utilidad radica en casos como la identificación y caracterización de líquidos puros, grasas y aceites, entre otras (Toro & Suárez, 2012).

El índice de refracción se realiza con la NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 289.

5.5.1. Reactivos

Se deben usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua destilada o desmineralizada o agua de pureza equivalente.

- ❖ Laurato de etilo de calidad adecuada para refractometría, e índice de refracción conocido.
- ❖ Hexano u otro solvente adecuado, como por ejemplo una fracción liviana de petróleo, acetona o tolueno, para limpiar el prisma del refractómetro.

5.5.2. Equipo

El equipo usual de laboratorio, y en particular, el siguiente:

- ❖ Refractómetro, por ejemplo, del tipo Abbe, adecuado para mediciones de índice de refracción hasta dentro de $\pm 0,0001$ en un intervalo de $n_0 = 1,300$ a $n_0 = 1,700$.
- ❖ Fuente de luz: lámpara de sodio. También se puede usar luz blanca si el refractómetro está equipado con un sistema de compensación acromático.
- ❖ Placa de vidrio, de índice de refracción conocido.
- ❖ Baño de agua controlado termostáticamente, con una bomba de circulación, y capaz de ser mantenido con aproximación a $\pm 0,1$ °C.
- ❖ Baño de agua capaz de ser mantenido a la temperatura a la cual se van a llevar a cabo las mediciones (en el caso de muestras sólidas).

5.5.3. Procedimiento

Calibración del instrumento: Se verifica la calibración del refractómetro midiendo el índice de refracción de la placa de vidrio de acuerdo con las instrucciones del fabricante, o midiendo el índice de refracción del laurato de etilo.

Se mide el índice de refracción de la muestra de ensayo, a una de las siguientes temperaturas:

- ❖ Entre 20 °C y 25 °C para grasas y aceites que son completamente líquidos a esta temperatura.
- ❖ 40 °C para grasas y aceites que están completamente fundidos a esta temperatura, pero no a 20 °C.
- ❖ 50 °C para grasas y aceites que están completamente fundidos a esta temperatura, pero no a 40 °C.

- ❖ 60 °C para grasas y aceites que están completamente fundidos a esta temperatura, pero no a 50 °C.
- ❖ 80 °C o superior para otras grasas y aceites, por ejemplo, grasas o ceras endurecidas.

Se mantiene la temperatura del prisma del refractómetro al valor constante requerido, haciendo circular a través del instrumento agua del baño de agua.

Se revisa la temperatura del agua que sale del refractómetro usando un termómetro de precisión adecuado. Inmediatamente antes de la medición, se baja la parte móvil del prisma hasta una posición horizontal. Se limpia la superficie del prisma con un paño suave y luego con un trozo de algodón humedecido con unas gotas de solvente. Se deja secar.

Se lleva a cabo la medición de acuerdo con las instrucciones de operación para el instrumento que se está usando. Se lee el índice de refracción con aproximación a 0,0001 como un valor absoluto y se registra la temperatura del prisma del instrumento.

Inmediatamente después de la medición se limpia la superficie del prisma con un paño suave y luego con un trozo de algodón humedecido con unas gotas de solvente. Se deja secar.

Se mide el índice de refracción dos veces más, se calcula la media aritmética de las tres mediciones y se toma este valor como el resultado final.

5.5.4. Calculo

Si la diferencia entre la temperatura de la medición t_1 y la temperatura de referencia t es menor que 3°C, en el índice de refracción n_D^t a la temperatura de referencia t está dado por la formula.

$$n_D^t = n_D^t + (t_1 - t)F \quad (4)$$

Donde:

t_1 = es la temperatura de medición, en grados Celsius.

t = es la temperatura de referencia, en grados Celsius

F = es un factor igual a

0,000 35 a t = 20 °C y 25 °C

0,000 36 a t = 40 °C, t = 50 °C y t = 60 °C

0,000 37 a t = 80 °C o superior

5.6. Índice de peróxidos

El índice de peróxido mide el estado de oxidación primaria que ha sufrido la grasa o aceite, expresa el número de mili equivalentes de oxígeno por kilogramo de grasa, se forman en los puntos de insaturación de las cadenas de carbonos de los ácidos grasos formando peróxidos, lo cual genera la oxidación de las grasas, esta es una de las principales causas de su deterioro, y da lugar a la aparición de olores y sabores desagradables, conocidos como enranciamiento (Díaz & Amaya, 2005; Jurado & Muñoz, 2009) y se determina según la norma ICONTEC 236.

El índice de peróxidos se realiza con la NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 236.

5.6.1. Reactivos

Todos los reactivos deben ser de grado analítico reconocido. El agua usada debe ser agua destilada grado tres o agua de pureza al menos equivalente.

- ❖ Yoduro de potasio (KI), solución acuosa, recién preparada que no contenga yodato o yodo libre.
- ❖ Solución de almidón se mezclan 10 g de almidón soluble en 30 ml de agua y se adicionan 1 000 ml de agua en ebullición. Se mantiene en ebullición por 3 min y se deja enfriar.
- ❖ Tiosulfato de sodio, solución volumétrica 0,01 N, normalizada antes de ser empleado.

- ❖ Ácido acético glacial, liberado de oxígeno con una corriente de un gas inerte seco y puro (dióxido de carbono o nitrógeno).
- ❖ Cloroformo, libre de oxígeno.
- ❖ Iso-octano, libre de oxígeno

5.6.2. Equipo

- ❖ Matraz cónico o Erlenmeyer, con capacidad de 250 ml, provisto con tapa de vidrio esmerilada y que esté completamente seco.
- ❖ Balanza analítica.
- ❖ Bureta, con divisiones de 0,001 ml o 0,002 ml.

5.6.3. Procedimiento

El procedimiento se debe realizar bajo la luz natural difusa o bajo luz artificial.

Se pasan en el matraz una masa de muestra, teniendo en cuenta el índice de peróxido esperando de acuerdo con la siguiente tabla.

Tabla 8. Masa de la porción de ensayo (NTC 236)

Índice de peróxido esperado, miliequivalentes/kg	Masa de la porción de ensayo	Precisión en la pesada
0 a 6	2,0 a 5,0	0,01
6 a 10	1,2 a 2,0	0,01
10 a 15	0,8 a 1,2	0,01
15 a 25	0,5 a 0,8	0,001
25 a 45	0,3 a 0,50	0,001

Se adicionan 30 ml de solución de ácido acético/cloroformo en relación 3:2 o 50 ml de solución de ácido acético/iso-octano en relación 3:2, para disolver la muestra de ensayo rápidamente mediante agitación, se añade 0,5 ml de solución de yoduro de

potasio, se tapa el matraz y se agita. Se mantiene en reposo por un minuto a una temperatura entre 15 °C a 25 °C. Se adiciona inmediatamente 30 ml de agua.

Se titula la solución con tiosulfato de sodio agitando vigorosamente la muestra hasta que el color amarillo desaparezca. A continuación, se adicionan 0,5 ml de solución de almidón y se continúa la titulación con agitación constante, especialmente cerca del punto final, con el fin de liberar todo el yodo, desde la capa del disolvente orgánico. Se adiciona la solución del tiosulfato gota a gota hasta que el color azul desaparezca.

Si en la titulación se gasta menos de 0,5 ml de solución de tiosulfato de sodio, se repite la determinación empleando una solución diluida al 0,01 mol/l y con agitación constante y vigorosa.

Determinación del blanco: se lleva a cabo un ensayo en blanco junto con la determinación.

Si el resultado del blanco excede en 0.1 ml de tiosulfato de sodio 0,01 N, se reemplazan los reactivos con impurezas y se repite la determinación.

5.6.4. Calculo

El índice de peróxido, expresado en milimoles de oxígeno activo por kilogramos de muestra, es igual a:

$$\frac{(V1-V0)*T*1000}{2m} \quad (5)$$

El índice de peróxido, expresado en miliequivalentes de oxígeno activo por kilogramos de muestra, es igual a:

$$\frac{(V1-V0)*T*1000}{m} \quad (6)$$

Donde:

T = es la normalidad de la solución del tiosulfato de sodio empleada.

VI = es el valor numérico del volumen, en mililitros, de la solución de tiosulfato de sodio empleado en la determinación.

V0 = es el valor numérico del volumen, en mililitros, de tiosulfato de sodio usado para el blanco.

m = es el valor numérico de la masa de la porción de ensayo, en gramos.

5.7. Determinación de la densidad

Es la relación entre el peso y el volumen de una sustancia a una temperatura y presión atmosférica definidas. Esta es una constante que no varía mucho para un aceite determinado cuando esta puro y fresco, pero es afectada por la edad, rancidez y cualquier tratamiento especial que se le haga al aceite. Los valores obtenidos se deben a diferentes ácidos grasos presentes, aumentando cuando incrementa el peso molecular de los ácidos combinados (Bernal de Ramírez, 1993).

En el caso de aceites vegetales es conocido que la densidad de dichos aceites decrece linealmente al aumentar su temperatura. Esta relación se puede formular como.

$$\rho = \alpha + b * T \quad (7)$$

Siendo ρ la densidad expresada en $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$, T la temperatura expresada en $^{\circ}\text{C}$, α es la ordenada en el origen y b es la pendiente cuyo valor es negativo (Riba, J. et al; 2010).

La densidad se realiza con la NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 336

5.7.1. Equipos

Baño de agua: Con capacidad de mantener con una desviación máxima de 0,1 $^{\circ}\text{C}$ la temperatura escogida para la determinación, con un termómetro calibrado, graduado con divisiones de 0,1 $^{\circ}\text{C}$ y que cubra el rango de temperatura relevante.

Picnómetro (Jaulmes): De 50 ml de capacidad, con brazo lateral, ajustado, por medio de una unión cónica esmerilada con un termómetro calibrado graduado con

divisiones de 0,1 °C. El brazo lateral contendrá un capilar interno. (Véase la Figura 28).

Alternativamente, el picnómetro Gay-Lussac. (Véase la Figura 29) puede ser usado; sin embargo, es preferible usar el picnómetro con termómetro.

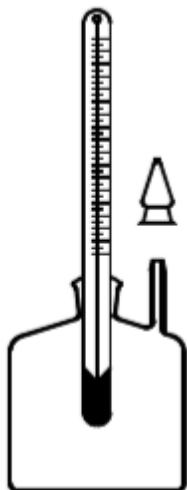


Figura 28. Picnómetro Jaulmes



Figura 29. Picnómetro Gay – Lussac

5.7.2. Procedimiento

5.7.2.1. General

Para una temperatura de determinación por debajo de la temperatura ambiente, se usa un picnómetro Jaulmes.

Se limpia y se seca completamente el picnómetro. Se pesa con aproximación de 0,1 mg, el picnómetro vacío con la tapa y el termómetro o con el tapón esmerilado.

Se ajusta el baño de agua a una temperatura a la cual no varíe más de 1 °C de la temperatura requerida para la determinación (Por ejemplo, la temperatura en el momento de muestreo de la grasa).

Se lleva la muestra preparada a una temperatura de 3°C a 5°C por debajo de la temperatura del baño de agua. Se mezcla cuidadosamente.

5.7.2.2. Usando un picnómetro Jaulmes:

Se pesa con aproximación a 0,1 mg, el picnómetro vacío con la tapa y el termómetro. Se remueve la tapa del brazo lateral y se reemplaza por una pieza corta de tubo plástico flexible en forma de capilar (de 3 cm a 5 cm) para formar una unión impermeable. Se llena el picnómetro con la muestra de ensayo y se coloca el termómetro, teniendo cuidado de no incluir burbujas de aire.

Se sumerge el picnómetro lleno, arriba de la mitad de su cuenca cónica, por 2 h en el baño de agua manteniendo la temperatura escogida para la determinación, hasta permitir que el contenido alcance la temperatura. Se remueve el tubo plástico de llenado con el pulgar y el dedo índice y se limpia hasta secar el exceso de muestra de la salida. Se coloca la tapa. Se registra la temperatura, q_d , del picnómetro con aproximación al 0,1 °C.

Se remueve el picnómetro del baño de agua, limpiándolo cuidadosamente con un material libre de motas hasta secar completamente. Se lleva a temperatura ambiente, entonces se pesa con aproximación a 0,1 mg, el picnómetro lleno con la tapa y el termómetro (m^3).

5.7.2.3. Usando el Picnómetro Gay- Lussac:

Se pesa el picnómetro vacío con el tapón esmerilado con aproximación a 0,1 mg.

Se llena el picnómetro con la muestra de ensayo y se coloca el tapón esmerilado, teniendo cuidado de no incluir burbujas de aire. Se sumerge el picnómetro lleno, arriba de la mitad de su cuenca cónica, por 2 h en el baño de agua manteniendo la temperatura escogida para la determinación, hasta permitir que el contenido alcance esta temperatura.

Se permite que la muestra fluya, se lleva la muestra al límite y se limpia hasta secar el exceso de la salida cónica. Se registra la temperatura, q_d , del picnómetro con aproximación de 0,1 °C.

Se remueve el picnómetro del baño de agua, limpiándolo cuidadosamente con un material libre de mota hasta secar completamente. Se lleva a temperatura ambiente.

Se pesa el picnómetro lleno con el tapón esmerilado con aproximación al 0,1 mg, (m3).

5.8. Determinación del contenido de humedad y materia volátil

Los métodos gravimétricos por volatilización o destilación tienen como fundamento la separación del analito del resto de los componentes de la muestra mediante un procedimiento que involucra la volatilización, evaporación o destilación de determinadas sustancias con la ayuda del calor. Finalmente se pesa con precisión el residuo no volatilizado (NTC, 287; 2018).

El componente a cuantificar (analito) puede ser el residuo que finalmente se pesa o puede ser el compuesto volatilizado. En el primer caso se habla de un método por volatilización directo (pues se pesa directamente el analito) y en el segundo estamos en presencia de un método por volatilización indirecto (puesto que la masa de analito se calcula por diferencia entre la muestra inicialmente pesada (matriz) y el residuo que queda luego de la volatilización (NTC, 287; 2018).

El agua, aunque inmisible con el aceite puede existir en forma de emulsión estabilizada por ciertos componentes. La humedad favorece la hidrólisis, sobre todo en aquellos aceites cuya acidez es muy elevada. Este parámetro mide la presencia de estos productos que deberían haber sido eliminados en una filtración y decantación adecuada (ASTM, 2011).

5.8.1. Método A

5.8.1.1. Equipo

El usual de laboratorio y, en particular, el siguiente:

- ❖ Balanza analítica, con capacidad para pesar con aproximación a 0,001g
- ❖ Cápsula de porcelana o vidrio, con diámetro entre 80 mm y 90 mm, una profundidad aproximada de 30 mm y con fondo plano.

- ❖ Termómetro graduado entre 80 °C y por lo menos 110 °C, y una longitud aproximada de 100 mm, con el bulbo de mercurio reforzado y con una cámara de expansión en el extremo superior.
- ❖ Baño de arena o plato de calentamiento eléctrico
- ❖ Desecador con un desecante eficiente.

5.8.1.2. **procedimiento**

Porción de ensayo: Se pesan, con aproximación a 0,001 g, 20 g de la muestra de ensayo en la cápsula, la cuál ha sido previamente secada y pesada junto con el termómetro.

Se calienta la cápsula que contiene la porción de ensayo en el baño de arena o en el plato de calentamiento eléctrico, se incrementa la temperatura a una tasa aproximada de 10 °C/min hasta alcanzar 90 °C. Se agita constantemente la muestra.

Se disminuye la tasa de calentamiento, observando la tasa a la cual aparecen burbujas desde el fondo de la cápsula y se deja que la temperatura se incremente hasta alcanzar $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. No se calienta por encima de 105 °C. Se continúa la agitación hasta que el burbujeo desaparezca.

Para asegurar la remoción de toda la humedad, se repite el calentamiento a $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ varias veces, y entre cada periodo de calentamiento se enfría la muestra a 95 °C. Luego se deja enfriar la cápsula y el termómetro en el desecador hasta temperatura ambiente y se pesa con aproximación a 0,001 g. Se repite esta operación hasta que la diferencia entre los resultados de dos pesajes sucesivos no exceda de 2 mg.

5.8.2. **Método B**

5.8.2.1. **Equipo**

El usual de laboratorio y en particular el siguiente:

- ❖ Balanza analítica con capacidad de pesar con aproximación a 0,001g.
- ❖ Recipiente de vidrio, con diámetro aproximadamente de 50 mm y 30 mm de alto de fondo plano.
- ❖ Horno eléctrico, que sea controlado a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- ❖ Desecador que contenga un desecante eficiente.

5.8.2.2. Procedimiento

Porción de ensayo: teniendo en cuenta el contenido de humedad y materia volátil esperada, se pesan, con aproximación a 0,001 g, 5 g ó 10 g de la muestra de ensayo en el recipiente de vidrio previamente secado y pesado.

El recipiente con la porción de ensayo mantiene en el horno durante 1 h a una temperatura de $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. La porción de ensayo se deja enfriar en el desecador a temperatura ambiente y se pesa con aproximación a 0,001 g. Se repiten las operaciones de calentamiento, enfriamiento y pesaje, pero con períodos de calentamiento o sucesivos de 30 min cada una hasta que la pérdida de masa entre dos pesajes sucesivos no exceda de 2 mg o 4 mg, de acuerdo con la porción de ensayo tomada.

5.8.3. Método para el cálculo de los resultados

El contenido de la humedad y materia volátil, w, se expresa como porcentaje en masa, y es igual a:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} * 100\% \quad (8)$$

Donde:

m_0 = masa en gramos de la cápsula y el termómetro o del recipiente de vidrio.

m_1 = masa en gramos de la cápsula, el termómetro y la porción de ensayo o del recipiente de vidrio y la porción de ensayo, antes del calentamiento.

m_2 = masa en gramos de la cápsula, el termómetro y el residuo o del recipiente de vidrio y el residuo, después del calentamiento.

5.9. Estudios reportados sobre el perfil de ácidos grasos presentes en el aceite de la semilla de campano

En la tabla 9, se presentan los análisis fisicoquímicos del aceite de semilla de *Samanea saman* reportado por distintos autores.

Tabla 9. Composición fisicoquímica del aceite extraído de la semilla de *Samanea saman*

Saponificación	Yodo	Peróxido	Refracción	Viscosidad	Densidad	Acidez	Autor
192.75 ± 4.20	92.62 ± 3.10	4.05 ± 0.26	---	---		8.36 ± 0.49	Esuoso, K. O. 1996
198.80 ± 0.20	97.00 ± 0.80	6.51 ± 0.10	1.4110 ± 0.04	---	0.954±0.04	---	Adewuyi et al., 2011
---	---	---	---	86.01 ± 1.4	0.9581± 1.6	6.2 ± 0.42	Ranjeet et al., 2019

5.10. Identificación del Perfil de ácidos grasos

El conocimiento del perfil de ácido graso de una semilla es esencial para buscar posibles aplicaciones. Muchos aceites vegetales han sido ampliamente investigados por sus perfiles de ácidos grasos, sin embargo, hace falta conocimiento detallado o inequívoco sobre otros. Los aceites de semillas de varias especies de *Samanea* parecen pertenecer a la última categoría. Literatura reportada de sus perfiles de ácidos grasos es relativamente escasa para muchas de sus especies (Knothe et al., 2015).

5.10.1. Cromatografía de Gases

La cromatografía de gases es una técnica analítica de separación en la cual la fase móvil es un gas, mientras que la fase estacionaria puede ser un sólido adsorbente o un líquido retenido en un soporte sólido (columna empaquetada) o impregnando las paredes de una columna capilar. Esta técnica solo es aplicable a compuestos volátiles o fácilmente volatilizables, lo cual supone un inconveniente, teniendo que recurrir en ocasiones a reacciones de derivatización para obtener productos de fácil volatilización. La información se obtendrá en forma de cromatograma, una representación de la señal del detector, que va a ser función directa de la concentración frente al tiempo (Francia, 2014).

La cromatografía de gases se ha convertido en la herramienta más empleada en la separación, identificación y cuantificación de los ácidos grasos convertidos primero metilesteres de ácidos grasos (Fatty Acids Methyl Esters, FAME's); cuya exactitud está limitada por la complejidad del proceso de calibración, la pureza de las sustancias empleadas como estándares y la imposibilidad de identificar los compuestos en las muestras (Francia, 2014).

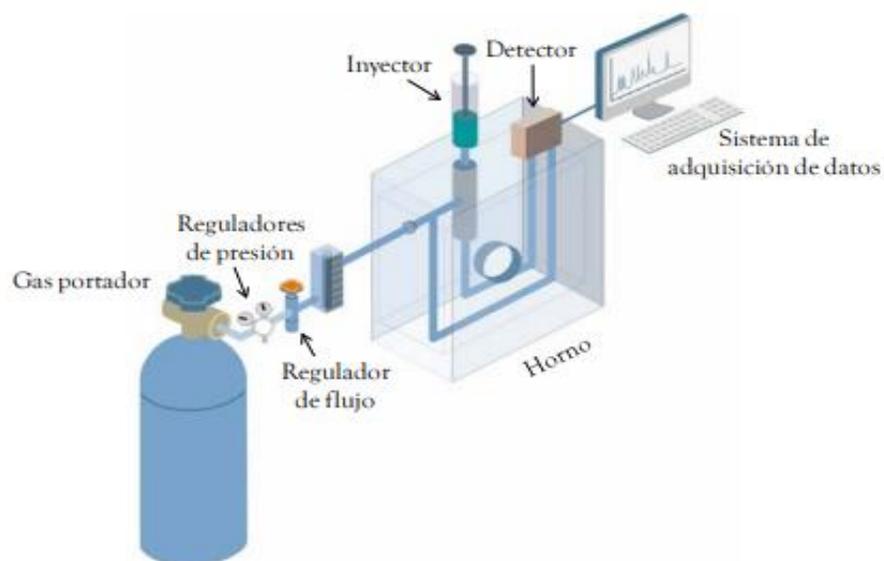


Figura 30. Diagrama de los elementos básicos de un cromatógrafo de gases

5.10.2. Espectrometría de masas (MS)

La espectrometría de masas es una técnica experimental que permite la detección de iones derivados de moléculas, basada en la detección estos por la relación entre la masa molecular y la carga (m/z).

En un análisis por espectrometría de masas tienen lugar, de forma general, cuatro etapas: ionización de los compuestos, la fragmentación de éstos, su separación en función de su masa/carga y su detección (Francia, 2014).

Un espectrómetro de masas está constituido principalmente por 4 módulos: un sistema de entrada de la muestra, una fuente de ionización, un analizador de masas y por último un detector de esos iones. El proceso de ionización es diferente en función de la fuente de ionización empleada, pudiéndose distinguir fuentes duras como por ejemplo la ionización por impacto electrónico, y fuentes de ionización blandas, como por ejemplo fuentes de ionización química. En cuanto al proceso de separación de iones, tiene lugar en el analizador que puede ser de cuadrupolo, de trampa iónica o de tiempo de vuelo. Por último la detección se da cuando los fragmentos ionizados y separados llegan al detector (Francia, 2014).

5.10.3. Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masa (CG-EM)

La combinación de la cromatografía de gases acoplada con espectrometría de masas se conoce por las siglas en inglés GC-MS y en español CG-EM. En la actualidad muchas compañías fabrican estos instrumentos con este potente sistema de detección. La técnica combinada de cromatografía de gases y espectrometría de masas permite realizar análisis rutinarios de mezclas de compuestos, como las mezclas que se obtienen en las reacciones o las muestras que se recogen en el medioambiente, como los hidrocarburos alifáticos. (Montoya & Páez, 2012).

El cromatógrafo de gases utiliza una columna capilar incluida en un horno termostático. Esta columna está revestida en su interior con gel de sílice (u otra fase estacionaria), cuya diferente interacción con las sustancias de la mezcla permite separar los componentes de la misma. Se inyecta una pequeña cantidad de

muestra en un inyector calentado que permite la volatilización de la muestra. Los componentes volátiles son empujados, entonces, a lo largo de la columna por una corriente capilar de helio. A medida que la muestra pasa a través de la columna, los componentes más volátiles (o bien que interaccionan menos con la fase estacionaria) se mueven más rápidamente a través de la columna que los componentes menos volátiles. Los componentes, separados, abandonan la columna a tiempos diferentes, pasando mediante un conducto de transferencia a la fuente de iones del espectrómetro de masas, donde las moléculas se ionizan y se fragmentan (Wade, 2007).

En CG-EM, los solutos que eluyen de la columna pasan directamente a la cámara de ionización de un espectrómetro de masas, de forma tal que la mayor parte del gas portador se elimina. En la cámara de ionización todas las moléculas, (resto del gas portador, disolvente y solutos) se ionizan y los iones se separan según su relación masa-carga. Como cada soluto sufre una fragmentación característica a iones más pequeños, su espectro de masas de intensidad de ion en función de la relación masa-carga proporciona información cualitativa que puede utilizarse para identificar el soluto (Skoog, 2008).

5.10.4. Estudios reportados sobre el perfil de ácidos grasos presentes en el aceite de la semilla de campano

- ❖ En 2011 Adewuyi *et al.* caracterizaron el aceite de semilla de *Samanea saman*, extrajeron el aceite de las semillas usando un extractor de soxhlet con n-hexano durante 10 h. La composición de ácidos grasos se analizó utilizando una cromatógrafo de gases Agilent serie 6890 N equipada con un espectrómetro de masas Agilent 5973N que funciona en el modo (70 eV; m/z 50 - 550; temperatura fuente 230 °C y temperatura cuádruple 150 °C). en la tabla número 9 se evidencia los resultados que obtuvieron.

Tabla 10. Ácidos grasos presentes en el aceite de semilla de *Samanea saman*

Ácidos grasos	<i>S. saman</i>
12:0	-
12:0	-
16:	7.20 ± 0.20
16:1	0.40 ± 0.10
18:0	7.10 ± 0.10
18:1	21.0
	0.50
18:2	37.00
	0.20
18:3	0.20 ± 0.05
20:0	8.30 ± 0.30
20:1	1.30 ± 0.40
22:0	14.30
	0.50
22:1	-
24:0	3.10 ± 0.20
24:1	0.10 ± 0.05
Insaturados	60.0 ± 0.20
Saturados	40.0 ± 0.20

- ❖ En 2014 Rath et al, extrajeron aceite de semillas molidas de *S. saman* usando una mezcla de cloroformo- etanol y Los ácidos grasos presentes en el aceite se identificaron usando un cromatógrafo de gases equipado con detector selectivo de masas 5973N en modo de ionización de electrones. En la tabla 10, se muestran los resultados que obtuvieron.

Tabla 11. Perfil de ácidos grasos presentes en el aceite de la semilla de *S. saman*

Nombre	Ácido graso	% en peso
C 10:0	Ácido caprico	0.73
C 13:0	Ácido tridecanoico	3.27
C 15:0	ácido pentadecanoico	0.69
C 18:0	ácido octadecanoico (Ácido esteárico)	7.59
C: 20	ácido eicosanoico (Ácido araquídico)	6.71
C 22:0	Ácido behénico	8.56
C 24:0	ácido tetracosanoico (Ácido lignocérico)	2.50
ΣSFA		30.04
C 14:1	ácido tetradecenoico (Ácido miristoleico)	1.45
C 16:1	ácido hexadecenoico (Ácido palmitoleico)	0.81
C 18:1 n9	ácido octadecanoico (Ácido oleico)	20.74
C 20:1	ácido eicosenoico (Ácido gadoleico)	
ΣMUFA		24.68
C 18:2 n6	ácido octadecadienoico (Ácido linoleico)	40.20
C 20:3n6	ácido eicosatrienoico (Ácido dihomo-c-linolénico)	1.24
ΣPUFA n-6		41.43
C 18:n3	ácido octadecatrienoico (Ácido alfa-linolénico)	2.85
ΣPUFA n-3		2.85

- ❖ En 2015 Knothe *et al* caracterizaron el aceite de semilla de *S. saman*, extraído con solvente hexano en un extractor soxhlet, reportando que las semillas contenían al menos el 5,2% de aceite y posteriormente analizaron el perfil de ácidos grasos del aceite utilizando (CG – EM), con un cromatógrafo de gases Agilent 6890N y un detector selectivo de masas 5973N en modo de ionización de electrones. La tabla 11 muestra los resultados que obtuvieron.

Tabla 12. Perfil de ácidos grasos reportados en el aceite de la semilla de *S. saman*.

Ácido graso	<i>Samanea saman</i> %
14:0	-
15:0	-
16:0	4.8
16:1 Δ 9	0.2
17:0	tr ^a
17:1 Δ 9	Tr
18:0	5.3
18:1 Δ 9	15.9
18:1 Δ 11	1.5
18:1 Δ 9, Δ 12	41
18:1 Δ 9, Δ 121, Δ 12	Tr
20:0	6.3
20:1 Δ 9	0.5
20:1 Δ 11	1.1
21:0	0.1
22:0	13.6
23:0	0.3
24:0	2.3
9,10-Epoxiestearato	0.6
Vernólico	0.4
25:0	Tr
Coronario	3.6
26:0	Tr
Otros	2.5

Tr^a = traza (ácidos grasos presentes en cantidades <0.1%).

Tr = ácidos grasos no identificados.

6. CAPITULO V: ANÁLISIS PROXIMAL, PARÁMETROS PARA OBSERVAR EL VALOR NUTRICIONAL DE LA SEMILLA CAMPANO

Desde 1886, en la estación experimental de Weende (Alemania) se estandarizó un método conocido como Weende, análisis proximal, método general de análisis de los alimentos o análisis bromatológico, para analizar los componentes más abundantes en los alimentos: agua, grasas, proteínas, cenizas, fibra y carbohidratos; con ligeros cambios, el método es aún hoy ampliamente utilizado, aunque con aparatos más modernos y rápidos. Los métodos generales de análisis de alimentos incluyen: Porcentaje de: agua, grasa total o bruta, (más conocida como extracto etéreo), proteína total o bruta, fibra bruta o cruda, cenizas (Ramírez, 2008).

Estos procedimientos químicos revelan también el valor nutritivo de un producto y cómo puede ser combinado de la mejor forma con otras materias primas para alcanzar el nivel deseado de los distintos componentes de una dieta. Es también un excelente procedimiento para realizar control de calidad y determinar si los productos terminados alcanzan los estándares establecidos por los productores y consumidores (Ramírez, 2008).

La norma Codex Alimentarius, es una colección reconocida internacionalmente de estándares, parámetros, códigos, guías y otras recomendaciones de los alimentos, su producción y seguridad bajo el objetivo de la producción del consumidor. Fue creada por la Organización para la Agricultura y la Alimentación (Food and Agriculture Organization; FAO) y la organización mundial de la salud (OMS). Para la realización del análisis proximal de la torta residual obtenida de la extracción de aceite de la semilla de moringa oleífera, se determinarán los siguientes parámetros: grasas, proteínas, cenizas, fibra y humedad (Ramírez, 2008).

6.1. Determinación de proteínas.

El término proteína “cruda” se aplica a gran número de compuestos nitrogenados, estructuralmente, son polímeros cuyas unidades básicas son amino o aminoácidos, unidos por un enlace característico que recibe el nombre de enlace peptídico. La

secuencia de grupos aminoácidos caracteriza a una proteína y las propiedades físicas, químicas y nutricionales dependen de la composición en aminoácidos de la molécula proteica y de la forma como se enlazan para conformar su estructura. Al determinar el contenido de nitrógeno en un sistema biológico se clasifica como nitrógeno total y al utilizarse este dato para calcular el porcentaje de proteína del sistema como “cruda” presente en las semillas de estudio (Serna & López, 2010).

El contenido de proteína cruda de un ingrediente se determina usualmente por medio del método Kjeldahl, en el cual se mide el contenido de nitrógeno total en la muestra, convirtiendo luego este resultado a un valor total de proteína cruda, mediante una multiplicación por el factor empírico 6.25 (este factor de conversión se basa en la suposición de que la proteína promedio, contiene alrededor de 16% de nitrógeno por unidad de peso, aun cuando en la práctica es posible una variación entre 12 y 19% de nitrógeno entre proteínas individuales (Ramírez, 2008).

6.1.1. Método microkjeldhal, Principio

Ataque del producto por ácido sulfúrico 96%, catalizado con cobre II sulfato y selenio, en el cual se transforma el nitrógeno orgánico en iones amonio, que, en medio fuertemente básico, permite la destilación del amoníaco, que es recogido sobre ácido bórico. La posterior valoración con ácido clorhídrico permite el cálculo de la cantidad inicialmente presente de nitrógeno en la muestra.

6.1.2. Equipos y materiales

- ❖ Digestor y destilador Büchi
- ❖ Bureta con divisiones de 0,1
- ❖ Balanza analítica
- ❖ Manta calefactora
- ❖ Probetas de 50 ml
- ❖ Matraces de Kjeldhal
- ❖ Embudos de tallo largo
- ❖ Erlemneyer de 200 ml.

6.1.3. Reactivos

- ❖ Ácido bórico solución al 4% gr

- ❖ Ácido clorhídrico 0,1 N sv
- ❖ Ácido sulfúrico 96% p.a.
- ❖ Agua destilada p.a.
- ❖ Alcohol etílico 96%v/v p.a
- ❖ Azul de metileno, solución al 0,1% en agua.
- ❖ Cobre II sulfato 5-hidrato
- ❖ Indicador mixto: se puede preparar disolviendo 2 g de rojo de metilo y 0,1g de azul de metileno. Este indicador vira de violeta a verde a pH 5,4. Conservarlo en frasco tapado.
- ❖ Piedra pómez 4-8 mm
- ❖ Potasio sulfato
- ❖ Rojo de metilo
- ❖ Selenio metal en polvo
- ❖ Sodio hidróxido 97% lentejas para preparar solución al 40%
- ❖ Indicador de Tashiro: consta de dos soluciones:
- ❖ Solución A: se disuelve 0,1 gramo de azul de metileno en 100 ml. de alcohol del 96%.
- ❖ Solución B: se disuelve rojo de metilo en alcohol del 96 % hasta saturación. El indicador se obtiene mezclando 2 volúmenes de B con un volumen de A. En medio ácido, presenta coloración violeta; en medio neutro es incoloro y en medio alcalino es verde.

6.1.4. Procedimiento

6.1.4.1. Digestión o mineralización:

- ❖ Pesar con precisión de 0,1 mg entre 100 y 300 mg de la muestra y llevarlos al matraz Kjeldahl e introducir unos granos de piedra pómez.
- ❖ Agregar 4 g de catalizador el cual consta de sulfato de potasio, sulfato de cobre y óxido de selenio y 10 ml. de ácido sulfúrico concentrado y mezclar con una rotación suave.
- ❖ Colocar el matraz en el digestor, prenderlo y presionar Start para iniciar el proceso.

- ❖ Programar las 4 rampas de temperatura y tiempo (los cambios se efectúan automáticamente); con este procedimiento se busca aumentar el calor paulatinamente haciendo el proceso mucho más eficiente.
- ❖ El aparato consta de una trampa para la evacuación de gases generados durante la digestión, los cuales son neutralizados para facilitar su deshecho.
- ❖ Agitar de vez en cuando el balón para que haya una mezcla uniforme.
- ❖ El color de la muestra va aclarando cada vez más, (este proceso es más lento en los aparatos automáticos al parecer por el mejor control que tienen de la temperatura).
- ❖ La digestión se considera concluida cuando la solución tiene un color claro (verde o amarillo claro).
- ❖ Apagar el digestor y la trompa de vacío y dejar enfriar la muestra hasta temperatura ambiente y añadir con precaución 100 ml de agua destilada para análisis, disolviendo por rotación suave el potasio sulfato cristalizado.

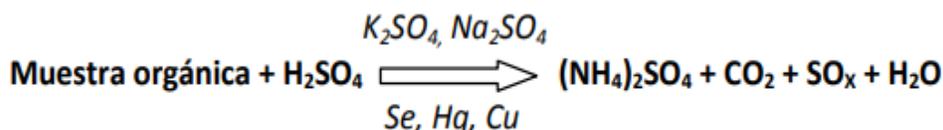


Figura 31. Reacción en la digestión.

6.1.4.2. Destilación

- ❖ Poner el tubo con la muestra digerida en el soporte del destilador.
- ❖ Adicionar de 30 a 40 ml de NaOH al 40%.
- ❖ Aparte, en un erlenmeyer de 250 ml, tomar 75 ml de ácido bórico al 4% y 3 gotas del indicador mixto.

- ❖ Introducir hasta el fondo del erlenmeyer, la alargadera del aparato de destilación e iniciar la destilación hasta recoger unos 100 ml de destilado.
- ❖ Lavar con agua destilada, la salida del condensador y proceder a bajar el erlenmeyer de la plataforma con la solución a valorar, para que no se vaya a succionar.



Figura 32. Reacción que sucede en la destilación.

6.1.4.3. Titulación:

Valorar el borato de amonio formado, con HCl 0,1 N sv hasta la coloración original violeta. Efectuar una prueba blanca, utilizando 5 ml de agua destilada para análisis en vez de la muestra siguiendo el mismo procedimiento.

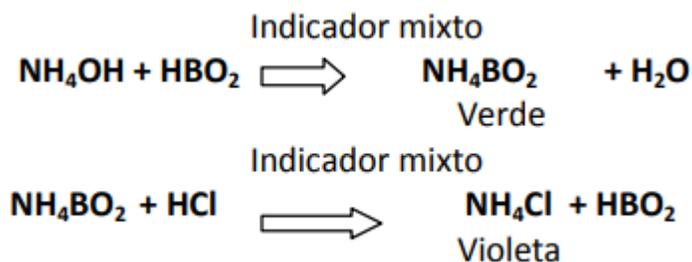


Figura 33. Reacción que sucede en la titulación.

6.1.5. Cálculos

$$\% N \text{ total} = \frac{0,014 N (V1-V2)}{pm} * 100 \quad (9)$$

$$\% P = \% N * F^* \quad (10)$$

N = pesa 14g/mol

N = normalidad del titulante

V1= Vol muestra

V2 = Vol blanco

Pm = Peso de la muestra

%P = porcentaje de proteína total o cruda

F* = factor de conversión de N a proteína

Tabla 12. Factores para la conversión de N a proteína.

Alimento	Factor
Proteína en general	6.25
Cebada, centeno, avena	5.83
Leche y productos lácteos	6.38
Productos de la soya	5.77
Harina de trigo	5.70
Arroz	5.95
Gelatina	5.55
Trigo Candeal	5.38
Almendras	5.18
Cacahuete	5.46

6.2. Determinación de grasa cruda

El término extracto etéreo se refiere a las sustancias extraídas con éter etílico que incluyen el grupo de nutrientes llamados grasa bruta o lípidos y son todos los ésteres de los ácidos grasos con el glicerol a los fosfolípidos, las lecitinas, los esteroides, las

ceras, los ácidos grasos libres, vitaminas liposolubles, los carotenoides, la clorofila y otros pigmentos. En el proceso de digestión estas sustancias son transformadas en sustancias semejantes, pero características del organismo que las ingiere, por eso se consideran precursores dietéticos; la grasa es un componente necesario de los tejidos vivos y es esencial en la nutrición humana. Debido a que puede almacenarse y movilizarse, es el principal material de reserva corporal, son la fuente más concentrada de energía en la dieta, dando aproximadamente 9.3 calorías por gramo; su ingesta equilibrada es también esencial para asegurar el aporte dietético de ácidos grasos esenciales y vitaminas liposolubles A, D y E. Las grasas se clasifican con las proteínas y carbohidratos, como sustancias alimenticias fundamentales y se consumen en gran cantidad, actúan como lubricantes, plastificantes y buenos conductores del calor, comunicando sabores y texturas especiales a los alimentos que se cuecen con ellas (Serna & López, 2010).

6.2.1. Principio

Extracción de la grasa de la muestra previamente desecada, por medio de hexano o éter de petróleo. Eliminación del disolvente por evaporación, desecación del residuo y posterior pesada, previo enfriamiento.

6.2.2. Equipo y materiales

- ❖ Extractor Soxhlet
- ❖ Dedales o papel de filtro
- ❖ Estufa eléctrica.
- ❖ Desecador provisto de un desecante eficaz (sílica gel con indicador).
- ❖ Balanza analítica.
- ❖ Placa calefactora.
- ❖ Rotaevaporador.
- ❖ Balón de 500ml.

6.2.3. Reactivos

- ❖ Éter de petróleo 40-60°C p.a.
- ❖ Gel de sílice con indicador g.r. (Si es necesario secarla a 105°C)
- ❖ N - hexano p.a.

6.2.4. Procedimiento

- ❖ Pesar exactamente entre 3-5 g de muestra seca previamente homogeneizada.
- ❖ Introducirla en un cartucho de papel de filtro y tapan el extremo del cartucho con algodón. Colocar el cartucho con su contenido en la cámara central del aparato de soxhlet.
- ❖ Pesar el balón del aparato Soxhlet, después de haberlo lavado y secado en la estufa y enfriado en desecador.
- ❖ Colocar en el balón 70 ml de éter de petróleo y ensamblar en el aparato Soxhlet.
- ❖ Extraer a reflujo durante 4-5 horas.
- ❖ Eliminar el disolvente en el rotavaporador
- ❖ Colocar el balón con su contenido en una estufa a 100 -105 0 C, para evaporar los restos de solvente.
- ❖ Enfriar el balón y su contenido en desecador y una vez frío, pesarlo.
- ❖ Repetir el calentamiento y la pesada hasta que la diferencia entre 2 consecutivas sea menor de 5 mg.
- ❖ Nota importante: guardar el residuo obtenido para realizar el análisis de fibra cruda.

6.2.5. Cálculos

$$\% \text{ grasa base seca } (\%G_{BS}) = \frac{p(b+q)-pb}{Pm} * 100 \quad (11)$$

$$\% \text{ grasa de base húmeda } (\%G_{BH}) = \% G_{BS} * \frac{(100-\%H)}{100} \quad (12)$$

P (b+g) = Peso en g del balón más grasa

Pb = Peso en g del balón.

Pm = Peso en g de la muestra.

% H = Porcentaje de humedad

6.3. Determinación de fibra

La fibra bruta constituye un índice de las sustancias presentes en los alimentos de origen vegetal cuyo valor alimenticio es igual al del heno. Está constituida fundamentalmente por celulosa, lignina y pentosanas, suberina, cutina, alginatos y pectinas; constituyentes, junto con pequeñas cantidades de sustancias nitrogenadas, de las estructuras celulares de los vegetales. Aunque la fibra no posee un valor nutritivo apreciable, su función en el tracto intestinal es la de aumentar el volumen de las materias nutritivas y estimular el peristaltismo intestinal. La fibra sobre las bases nutritivas se define como las sustancias vegetales insolubles no digeridas por las enzimas diastásicas o proteolíticas, nutritivamente inútiles excepto por fermentación microbiana en el tracto digestivo de los animales. La fibra dietaria es el nombre que se le da a la fracción de la fibra bruta que puede ser útil para los procesos digestivos del tracto humano, en ella se incluyen compuestos tales como el almidón, los polisacáridos no celulósicos, la celulosa, la lignina, la hemicelulosa y sustancias pépticas (Serna & López, 2010).

6.3.1. Principio

Disolución de sustancias orgánicas, con excepción de celulosa, hemicelulosa y ligninas, mediante la acción de soluciones ácidas y alcalinas y sometiendo a reflujo y bajo condiciones específicas.

6.3.2. Equipo y materiales

- ❖ Balanza analítica.
- ❖ Equipo de reflujo y filtración por succión
- ❖ Plancha con recipiente para el calentamiento de las soluciones.
- ❖ Estufa
- ❖ Mufla
- ❖ Desecador
- ❖ Filtro de vidrio aglomerado con tamaño de poro apropiado.
- ❖ Celita, en caso necesario.

6.3.3. Reactivos

- ❖ Ácido sulfúrico al 1,25% p.a.
- ❖ Hidróxido de sodio 1,25% p.a.
- ❖ Alcohol 95% p.a. o acetona p.a.
- ❖ Agua destilada p.a.

6.3.4. Procedimiento

- ❖ Pesar exactamente 1 g de muestra seca y desengrasada y pasarla al filtro de vidrio aglomerado del equipo, previamente tarado.
- ❖ Adicionar 100 ml de H₂SO₄ al 1,25% caliente y agitando
- ❖ Llevar la muestra al equipo, y digitar las condiciones apropiadas de tiempo y temperatura (p.ej. hervir 30 min).
- ❖ Si es necesario adicionar un antiespumante como alcohol amílico (unas pocas gotas) y agitar.
- ❖ Terminada la digestión ácida, activar la bomba de filtración. Lavar con un total de 100 ml. de agua destilada caliente.
- ❖ Verificar fin de reacción ácida.
- ❖ Adicionar 100 ml de NaOH caliente al 1,25%
- ❖ Hervir nuevamente agitando de vez en cuando como en el primer tratamiento.
- ❖ Filtrar la solución caliente a través del filtro de vidrio, previamente pesado.
- ❖ Lavar el residuo insoluble con un total de 150 ml de agua destilada caliente hasta que el líquido de los lavados no presente reacción alcalina comprobando con papel indicador.
- ❖ Lavar con 25 ml de alcohol p.a. o acetona.
- ❖ Secar en la estufa a 105°C hasta peso constante
- ❖ Calcinar a 550°C hasta obtener cenizas claras y pesarlas

6.3.5. Cálculos

$$\% \text{ Fibra}_{BS} = \frac{(pf+p)}{Pm} * 100 * \frac{(100-\%G)}{100} \quad (13)$$

$$\% \text{ Fibra}_{BH} = \% \text{ Fibra}_{BS} * \frac{(100-\%H)}{100} \quad (14)$$

Pf + Pc = Peso en g de la fibra + cenizas

Pc = Peso en g de las cenizas

Pm = Peso en g de la muestra.

% G = Porcentaje de grasa

6.4. Determinación de cenizas

Las cenizas se componen de carbonatos originados de la materia orgánica y no propiamente de la muestra; en las cenizas vegetales predominan los derivados del potasio y en los animales los del sodio. El carbonato potásico se volatiliza apreciablemente a 700°C y se pierde casi por completo a 900°C, el carbonato sódico permanece inalterado a 700°C, pero sufre pérdidas considerables a 900°C. Los fosfatos y carbonatos reaccionan además entre sí. La determinación debe hacerse aumentando progresivamente la temperatura del horno, hasta alcanzar el rojo oscuro ($\pm 550^\circ\text{C}$). No se debe dejar pasar de esta temperatura pues se podrían descomponer los carbonatos presentes y se volatilizarían otras sustancias como los compuestos de fósforo produciendo resultados erróneos (Serna & López, 2010).

6.4.1. Principio

Calcinación de la muestra, a una temperatura que permita la incineración de la materia orgánica, sin que ocurra pérdida de elementos minerales volátiles, hasta la obtención de cenizas libres de carbón.

6.4.2. Materiales y equipos

- ❖ Mufla
- ❖ Desecador
- ❖ Balanza analítica
- ❖ Crisol vycor.

6.4.3. Reactivos

Solo en caso necesario, H₂O₂

6.4.4. Procedimiento

- ❖ Homogeneizar bien la muestra, pesar con exactitud entre 2 y 5 g (de acuerdo con la naturaleza de la muestra según se indica en la tabla 4) en una cápsula apropiada, previamente tarada.
- ❖ Colocar la muestra en la puerta de la mufla (calentada previamente) hasta que no se desprendan humos.
- ❖ Introducir la muestra al interior de la mufla e incinerarla entre 500° y 550°C hasta obtener cenizas libres de carbón. En caso contrario, humedecer con agua o con H₂O₂ e incinerar nuevamente.
- ❖ Retirar la cápsula, tapar para evitar hidratación, enfriar en desecador y pesar.

6.4.5. Cálculos

$$\% \text{ cenizas}_{BH} = \frac{\text{peso cenizas+crisol} - \text{peso crisol}}{\text{peso de la muestra}} * 100 \quad (15)$$

$$\% \text{ cenizas}_{BS} = \frac{\% \text{ cenizas}_{BH}}{(100 - \%H)} * 100 \quad (16)$$

BH: Base húmeda

BS: Base seca

6.5. Determinación de carbohidratos

Extracto no nitrogenado (ENN) Es una categoría del sistema Weende y se encuentra por diferencia y da razón del contenido de carbohidratos analizados por éste método. Se calcula de la siguiente manera:

ELN = 100 – (% humedad + %ceniza + %extracto etéreo+ %proteína+%fibra) El ELN no contiene ninguna celulosa pero puede contener hemicelulosa y algo de lignina. Puede además contener todos los productos solubles en agua que son

insolubles en éter como por ejemplo las vitaminas hidrosolubles. La mayor parte del ELN se compone de almidón y azúcares quedan el valor energético al alimento. Cuando se habla de carbohidratos totales se incluye además la fibra bruta. Cualquier error cometido en las demás determinaciones queda reflejado en el ENN.

$$\% \text{ Carbohidratos} = 100 - \sum(\%P + \%G + \%F + C) \quad (17)$$

6.6. Determinación de humedad

Casi todos los alimentos contienen agua en cantidades variables. Se dice que la cantidad de agua presente es la humedad, es decir, esta es una medida de la concentración de agua presente en un alimento.

La determinación del contenido de humedad es uno de los ensayos más importantes y usados en el procesamiento y análisis de los alimentos.

Dado que, la cantidad de materia seca en un alimento se relaciona inversamente con la cantidad de humedad que contiene, el porcentaje de humedad tiene importancia económica directa tanto para el procesador como para el consumidor. De gran significado es el efecto de la humedad, tanto en la estabilidad como en la calidad de los alimentos (Ramírez, 2008).

6.6.1. Principio

La humedad libre se expulsa por medio de aire caliente en circulación. La temperatura se regula para efectuar un último secado y un mínimo de pérdida de sustancias volátiles. Este es un método indirecto para la determinación de la humedad.

6.6.2. Materiales y aparatos

- ❖ Estufa con sistema para circulación de aire caliente.
- ❖ Cápsulas de porcelana limpias, secas y taradas.
- ❖ Balanza de precisión con cuatro cifras decimales.

6.6.3. Procedimiento

- ❖ Homogeneizar bien la muestra, después de reducirla de tamaño si fuere necesario.
- ❖ Pesar con exactitud entre 2 y 5 g en una cápsula apropiada, y colocarla en la estufa a una temperatura entre 100 y 110°C.
- ❖ Secar durante 2 h.
- ❖ Retirar la cápsula cuidadosamente, utilizando una pinza apropiada.
- ❖ Enfriar en desecador y pesar.
- ❖ Colocar nuevamente la cápsula con su contenido, en el mismo sitio de la estufa que ocupó inicialmente y secar por 30 min.
- ❖ Retirar, enfriar y pesar.
- ❖ Continuar el secado hasta peso constante. (La diferencia entre dos pesadas sucesivas nunca será mayor de 2 a 5 mg por cada 5 g de muestra).

5.6.4 Cálculos:

$$\% \text{humedad} = \frac{(\text{peso de muestra total} - \text{peso de muestra seca})}{\text{peso de muestra total}} * 100 \quad (18)$$

$$100 - \% \text{humedad} = \% \text{MS (materia seca)} \quad (19)$$

6.7. Estudios reportados del análisis proximal de la semilla de campano.

La tabla reporta los datos obtenidos por distintos autores de los parámetros que conforman el análisis proximal realizado a la harina de la semilla de *Samanea saman*.

Tabla 13. Datos reportados del análisis proximal de la harina de semilla de *Samanea Saman*

grasa cruda	Proteína cruda	Fibra cruda	Ceniza	Humedad	Carbohidrato	Autor
9.77 ± 1.21	39.40 ± 0.30	3.21 ± 0.10	2.10 ± 0.40	4.20 ± 0.11	41.32 ± 0.50	Adewuyi <i>et al.</i> , 2011
---	25.25 ± 0.2	12.20 ± 0.02	4.14 ± 0.04	10.75 ± 0.13	---	Rath <i>et al.</i> , 2015
---	16.0	8.0	5.1	10.09	52.8	Ikpe & Azu, 2016
9.66	15.93	51.90	6.52	14.20	---	Tirso <i>et al.</i> , 2016
---	21.55 ± 0.1	8.47 ± 0.01	2.6 ± 0.01	9.20 ± 0.1	55.53 ± 0.01	Uzoukw <i>et al.</i> , 2020

CONCLUSIÓN

De acuerdo con el análisis realizado a las diferentes fuentes bibliográficas sobre el estudio químico de aceite de la semilla del campano (*Samanea saman*) propiedades fisicoquímicas y análisis proximal de la torta se puede concluir lo siguiente:

- ❖ El perfil de ácidos grasos en conjunto con las características fisicoquímicas y la viabilidad en la obtención de la materia prima, hacen del aceite de campano una alternativa con un amplio rango de aplicaciones a nivel industrial y alimenticio, como un producto nutracéutico.
- ❖ Se encontró que el ácido linolénico es el mayoritario con respecto a los demás ácidos grasos, demostrando que el aceite de campano es una buena fuente de este ácido graso esencial, cuyo consumo está asociado a un riesgo menor de enfermedad cardiovascular.
- ❖ Los valores de índice de saponificación reportados están en el rango permitido para la industria cosmética y de jabones.
- ❖ En la mayoría de los casos reportados la humedad supera al 10%, es importante considerar que un alto contenido de humedad en la materia prima, la hace propensa al deterioro por parte de microorganismos y por ende a la disminución de su calidad y valor nutricional.
- ❖ La torta residual de la semilla es rica en proteínas, grasas, fibra y carbohidratos, que puede tener un potencial uso en la industria alimentaria como un suplemento dietario de muchos productos para la alimentación animal. El alto valor energético que posee permite una alternativa de alimentación para el ganado, beneficiando a la comunidad, como fuente directa de alimentación o de ingresos adicionales.

APORTES

- ❖ Los valores de índice de yodo se encuentran en la categoría no secante, es decir que no solidifica en lo absoluto al ser expuesto al aire ni siquiera después de un largo tiempo, como el aceite de oliva y el de maní. proponiendo una posible aplicación en la fabricación de lubricantes, medicamentos, plásticos y pinturas.
- ❖ El alto índice de acidez que presenta el aceite según los autores no permite su uso directo como materia prima en la producción de biodiesel, sin embargo, se puede usar un tratamiento de esterificación mediante la cual se reduce el nivel de acidez y así hacer posible su uso en la obtención de biodiesel.

BIBLIOGRAFÍA

- Aceites y Grasas. Métodos analíticos en alimentaria. Editorial. Montplet y Esteban S.A. octubre 1984.
- Adewuyi, A., Oderinde, R. A., Rao, B. V. S. ., Prasad, R. B. ., & Nalla, M. (2011). Proximate analysis of the seeds and chemical composition of the oils of Albizia Saman , Millettia griffonianus and Tamarindus Indica from Nigeria. *Annals. Food Science and Technology, May*, 123–129.
- Agüero, S. D., García, J. T., & Catalán, J. S. (2015). Aceites vegetales de uso frecuente en Sudamérica: características y propiedades. *Nutricion Hospitalaria*, 32(1), 11–19. <https://doi.org/10.3305/nh.2015.32.1.8874>
- Aguirre Morales, A. (2017). Patrones de distribución y estructura genética de Cedrela odorata y Albizia saman para la conservación y restauración ecológica del bosque seco tropical en Colombia. Universidad Nacional de Colombia.
- Aleman, W.; Ríos, T.; Romero, L. (2009). Estudio por cromatografía de gases del perfil porcentual de los acidos grasos más comunes presentes en los aceites de semillas recolectadas en la ciudad de León. Universidad Nacional Autónoma De Nicaragua. Departamento de Química.
- Ali, N., Keong, S., Ho, W., Kee, B., Tan, S. y Guan, S. (2012). The promising future of chia, Salvia hispanica L. *Journal of Biomedicine and Biotechnology*, 12(3), 2-7
- Almazora, C. (2010). Aceites: Extracción por prensado en frío. *Atzaneta* 4(2), 178-188.
- Amaya, L.; Diaz, F.; Garcia, N.; Moncada, M.; Guerrero, G. (2007). Obtección del aceite de las semillas de Luffa cylindrica y evaluación de su potencial uso en la industria cosmetica. *Scientia et Technica Año XIII*, 33, 287–289.
- Aravena, M. (2000). Información Tecnológica: industrialización de la higuerrilla para la producción de aceite de ricino. *Panamericana*. 5(3).

- ASTM. (2011). ASTM E203-Standard Test Method for Water Using Volumetric Karl Fischer Titration. *ASTM International*, 1–9. <https://doi.org/10.1520/C1366-04R09.2>
- Balboa, N. (2015). Determinación de pérdidas de aceite del proceso de prensado en la extracción de aceite en alcopalma.s.a. Universidad Central del Ecuador. Facultad de Ingeniería Química. Carrera de Ingeniería Química. <https://doi.org/10.5897/ERR2015>
- Bagué, A. (2006). Tecnología Farmacéutica. (C. Universitario, Ed.) España.
- Bailey, A. (2001). Aceites y grasas industriales. 2da. ed. Reverté S.A. Barcelona, España:
- Beerens, P. (2007). Screw-pressing of Jatropha seeds for fuelling purposes in less developed countries. Technische Universiteit Eindhoven, Eindhoven, Países Bajos
- Bernal, I. 1998 Análisis de Alimentos. 3ra.edición. Editorial Guadalupe LTDA. Bogotá.
- Biovirtual. 2017. Samanea saman (Jacq.) Merr. – Mimosaceae. Consultado 15 de mayo de 2020. Recuperado de: <http://www.biovirtual.unal.edu.co/es/colecciones/detail/100942/>
- Bravo, A. & Cardona, R. (2009). Obtención de una formulación de barniz con base en aceite de soya a escala de laboratorio. Universidad Eafit. Escuela de Ingeniería. Departamento de Procesos.
- Braun, R.O.; Pattacini, S. H. (2013). Evaluación de ácidos grasos en las carcasas de cerdos alimentados con sorgo termoprocesado durante el crecimiento y la terminación. *Revista de La Facultad de Agronomía UNLPam*, 23(1), 26–61
- Brunner, G. (2013). Gas extraction: an introduction to fundamentals of supercritical fluids and the application to separation processes. *Springer Science & Business Media*. 5(4). 167-175.

- Cabezas, C., Hernandez, B., & Vargas, M. (2016). Aceite y Grasas, efectos en la salud y regulación mundial. *Facultad de Medicina*. 4, 761-768
- CABI. 2020. Invasive Species Compendium. Albizia saman. Consultado 15 de mayo de 2020. Recuperado de:
<https://www.cabi.org/isc/datasheet/4026#toDistributionMaps>
- Campbell, Mary; FARRELL, Shawn. Bioquímica. 4 ED. Editorial Thomson, 2004. México.
- Christie, W.W. (1993) Preparation of ester derivatives of fatty acids for chromatographic analysis. *Advances in lipid methodology*. 2, 69-101
- Cascante, A., Quesada, M., Lobo, J., & Fuchs, E. A. (2002). Effects of dry tropical forest fragmentation on the reproductive success and genetic structure of the tree *Samanea saman*. *Conservation Biology*, 16(1), 137–147
- Castañeda, R.; Peñuela, L. (2010). Ácidos grasos en la carne bovina: confinamiento vs. Pastoreo. *Producción Animal*, 2(2), 2–4.
- Cecconello, G.; Benezra, M.; Obispo, N. (2014). Composición química y degradabilidad ruminal de los frutos de algunas especies forrajeras leñosas de un bosque seco tropical. *Zootecnia Tropical* 21(2), 4–6.
- Cefla, K. O. (2015). Diseño de una planta para la extracción del aceite vegetal comestible de las semillas de chíá (*Salvia hispanica L.*) mediante prensado proyecto. Escuela Politécnica Nacional. Facultad de Ingeniería Química y Agroindustria.
- Cicerale, S.; Conlan, X.; Sinclair, A.; Keast, R. 2009. Chemistry and health of olive oil phenolics. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* 49: 218–236.
- Collao, C., Curotto, E., Zuñiga, M. (2007). Tratamiento enzimático en la extracción de aceite y obtención de antioxidantes a partir de semilla de onagra, por prensado en frío. *Grasas y aceites*. 58(1). 10-14
- Delgado, D.; Hera, R.; Cairo, J.; Orta, Y. (2014). *Samanea saman*, árbol

multipropósito con potencialidades como alimento alternativo para animales de interés productivo. *Revista Cubana de Ciencia Agrícola*, 48(3), 205–212.

DÍAZ, F. Amaya, L. Extracción y caracterización del aceite de luffa cilíndrica con o sin beneficio procedente de dos diferentes departamentos del país. Pereira 2005. Tesis de grado. Universidad tecnológica de Pereira. Facultad de Tecnología. Escuela de Química.

Druart C, Dewulf EM, Cani PD, Neyrinck AM, Thissen JP, Delzenne NM. 2014. Gut microbial metabolites of polyunsaturated fatty acids correlate with specific fecal bacteria and serum markers of metabolic syndrome in obese women. *Lipids*;49(4):397-402

Duarte, J.; Ramírez, G.; Castañeda, R. (2016). Grasa sobrepasante: Aplicaciones y su proceso de obtención para la alimentación de rumiantes en el trópico. *Revista Colombiana de Ciencia Animal - RECIA*, 8(2), 228–242

Durán, S.; Torre, J.; Sanhueza, J. (2015). Aceites vegetales de uso frecuente en Sudamérica: características y propiedades. *Nutrición Hospitalaria*. 32(1):11-19. ISSN 0212-1611.

FAO/OMS. (1993). Grasas y aceites en la nutrición humana. Recuperado de <http://books.google.com.ec/books?id=jK76GEHsdkAC&pg=PA39&dq=extraccion+de+aceites+vegetales+comestibles&hl=es&sa=X&ei=VDVBVJSuLKTLSASqnoK4Ag&ved=0CCUQ6AEwAg#v=onepage&q=extraccion%20de%20aceites%20vegetales%20comestibles&f=false>. Mayo 2020.

Fernández, I. (2001). Obtención de aceite de orujo mediante extracción con fluidos supercríticos. Universidad de Castilla. España.

Figuroa, E. (2013). Evaluación del rendimiento y caracterización fisicoquímica de la extracción de la fracción lipídica de la copra del coco (*Cocos nucifera L.*) variedad verde utilizando tres solventes a escala laboratorio extracción . Universidad de San Carlos de Guatemala. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química.

- Francia, R. (2014). Identificación y cuantificación de isómeros posicionales del ácido palmitoleico (16:1n-7) en muestras biológicas por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas. Universidad de Valladolid. facultad de ciencias. España.
- García, A. V. (1995). Extracción con fluidos supercríticos: principios y aplicaciones al análisis de residuos de plaguicidas. Instituto de Estudios Almerienses
- Galeano, C., & Guapacha, E. (2011). *Aprovechamiento y caracterización de los residuos grasos del pollo para la producción de un biocombustible (biodiesel)*. Universidad Tecnológica de Pereira. Facultad de Tecnología. Escuela de Química. Programa De Tecnología Química.
- Graciani CE. 2006. Los aceites y grasas: composición y propiedades. Ed. Madrid Vicente y Mundi-Prensa, Madrid, España.
- Groover, M. (2002). Fundamentos de la manufactura moderna, materiales, procesos y sistemas. 3ra Edición. Pearson. México.
- Henkel J. (2000). Health claims for soy protein, questions about other components. *FDA consumer*, 34(3):13-5
- Hernández, B. (2019). Módulo – Grasas. *Ministerios de Salud De La Republica de Colombia*. Santa fe de Bogotá.
- Hernández, C., Mieres, A., Niño, Z., Pérez, S. (2007). Efecto de la Refinación Física Sobre el Aceite de la Almendra del Corozo (*Acrocomia aculeata*). *Información Tecnológica*, 18(4). 58-68
- Herrera, J.; & Méndez, L. (2008). Estudio preliminar por cromatografía de gases con columna capilar de las composiciones porcentuales de los ácidos grasos más comunes presentes en los aceites comestibles que se ofertan en nicaragua. Universidad Nacional Autonoma de Nicaragua. Departamento de Química.
- Herrera, Z. (1997). Genízaro. *Revista Forestal Centroamericana*, 18(2) 18-29
- Hurtado, A. (2002). Estudio del proceso de extracción de componentes minoritarios

de aceite de oliva con CO₂ supercrítico en contracorriente. Tesis Doctoral, Universidad Autónoma de Madrid. Departamento de Ingeniería Química

Ikpe, J. N., & Azu, D. E. Effect of Albizia saman Seed Meal on the Performance and Carcass Characteristics of Finisher Broilers. *International Journal of Science and Research (IJSR)*.5(11). 148-150. DOI: 10.21275/ART20161259.

Jurado, J. A., & Muñoz, L. V. (2009). Caracterización del aceite de las semillas de *Solanum quitoense* variedad la selva y evaluación de su actividad antioxidante. Universidad Tecnológica de Pereira. Facultad de Tecnología. Escuela de Química. Programa de Química.

Knothe, G., Phoo, Z., de Castro, M., & Razon, L. F. (2015). Fatty acid profile of Albizia lebbeck and Albizia saman seed oils: Presence of coronaric acid. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 117(4), 567–574. <https://doi.org/10.1002/ejlt.201400393>

Li Y, Ma WJ, Qi BK, Rokayya S, Li D, Wang J. (2014). Blending of soybean oil with selected vegetable oils: impact on oxidative stability and radical scavenging activity. *Asian Pac J Cancer Prev*. 15(6): 25-38

Maldonado Sabillón, B.M.; Alix, C. (1998). Manual de dendrología para 146 especies forestales de litoral atlántico de Honduras. 2da ed. editorial la ceiba. Honduras.

Martínez, J. (2005). La cadena de oleaginosas en Colombia: una mirada global de su estructura y dinámica 1991-2005. Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural. Santa fe de Bogotá.

Mataix, J., & Gil, a. (2004). Libro blanco de los Omega 3, los ácidos grasos polinsaturados omega 3 y monoinsaturados tipo oleíco y su papel en la salud. Panamericana Madrid.

Matissec, R., Schenepel, F. M.; Steiner, G. (1992). Análisis de los alimentos: Grasas y sustancias acompañantes. Editorial Springer-Verlag. GMBH & Co. Berlín

Mcgilvery, R. w. (1977). Conceptos Bioquímicos. Reverte S.A. Barcelona.

- Mcmurry, J. (2012). Química orgánica. Octava edición. Editorial Thomson. Mexico.
- Meyer, M. (1996). Elaboración de productos agrícolas. Manuales para las industrias agropecuarias. Trillas. México.
- Mestre, T., Camarillo, W., Álvarez, L., Álvarez, W., Araujo A. (2016). Suplementación con harina de frutos de algarrobillo (*pithecellobium saman*), sobre la ganancia de peso en ovinos en condiciones de pastoreo semi-extensivo. *Revista colombiana de zootecnia*, 2, 21–29
- Milián, J., Iglesias, O., & Valdés, H. (2017). Caracterización fitoquímica de *Samanea Saman* Jacq Merr (algarrobo). *Revista Cubana de Ciencias Forestales: CFORES*, 5(1), 7.-11
- Montoya, S.; Páez, C. 2012. Documentación de la técnica de cromatografía de gases en el análisis de hidrocarburos alifáticos en aguas residuales. Universidad Tecnológica de Pereira. Facultad de Tecnología. Escuela de Química. Programa de Química.
- Navarro, F. (2000). La oleorresina del pimentón. Murcia, Ed. Universidad de Murcia
- Nazarit, M. (2014). Estudio de factibilidad para el establecimiento de un vivero forestal con especies nativas en el corregimiento del morro (yopal, casanare). Universidad Nacional Abierta y a Distancia UNAD. Escuela De Ciencias Agrícolas, Pecuarias y del Medio Ambiente ECAPMA. Programa Tecnología Agroforestal.
- Norma Técnica Colombiana ICONTEC 218. (2011). Grasas y Aceites Comestibles. Método de determinación de Acidez. Instituto Colombiano de Normas Técnicas, Santa Fe de Bogotá.
- Norma técnica Colombiana ICONTEC 335. (2019). Grasa y aceites. Método de determinación del índice de saponificación. Instituto Colombiano de Normas Técnicas, Santa Fe de Bogotá.
- Norma Colombiana ICONTEC 336. Grasas y aceites. Método de determinación de la densidad. Instituto Colombiano de Normas Técnicas. Santa Fe de Bogotá.

- Norma Colombiana ICONTEC 283. Grasa y aceites. Método de determinación del índice de yodo. Instituto Colombiano de Normas Técnicas, Santa Fe de Bogotá.
- Norma técnica colombiana ICONTEC N. 286. (1969). Grasas y Aceites. Método de determinación del Índice de Refracción. Instituto Colombiano de Normas Técnicas, Santa Fe de Bogotá
- Norma Técnica Colombiana. ICONTEC 287. (2018). Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del contenido de humedad y materia volátil. Instituto Colombiano de Normas Técnicas, Santa Fe de Bogotá
- Ortuño, M. (2006). Manual Práctico de aceites esenciales, Aromas y perfumes. Aiyana. España
- Palma, J.; Gonzales, C. (2018). Recursos arbóreos y arbustivos tropicales para una ganadería bovina sustentable. Universidad de Colima.
- Pantoja, A. L. (2016). Extracción de aceites con fluidos supercríticos a partir de semillas de frutas con potencialidad en la industria cosmética. Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ingeniería y Administración.
- Pantoja, L.; Maldonado, S. (2012). *Caracterización del contenido de aceite de dos oleaginosas: sachá inchi (Plukenetia volubilis L.) y canola (Brassica napus y Brassica rapa)*. Universidad San Francisco de Quito.
- Pasquel Corral, D. (2006). Eficiencia del Saman (*Samanea saman*) como Insumo para el Engorde del Híbrido Rojo de Tilapia (*Oreochromis sp.*). Escuela Superior Politécnica del Litoral. Facultad de Ingeniería Marítima y Ciencias del Mar.
- Paucar, L., Salvador, R., Guillén, J., Capa, J., & Moreno, C. (2015). Comparative study of physical-chemical features of sachá inchi oil (*Plukenetia volubilis* L.), olive oil (*Olea europaea*) and fish oil. *Scientia Agropecuaria*, 6(4), 279–290. <https://doi.org/10.17268/sci.agropecu.2015.04.05>
- Plank, R. (2005). El empleo del frío en la industria de la alimentación. 1er. ed. Reverté. Barcelona, España

- Pons, G. A. (2015). Aceites vegetales, hacia una producción sostenible. *El Hombre y La Máquina*, 46, 9–19.
- Primo, E. (2007). Química orgánica básica y aplicada, de la molécula a la industria. Reverté, Ed. Valencia
- Ramírez, G. (2008). Expresión analítica de los componentes de los alimentos. Universidad de Antioquia. Facultad de Química Farmacéutica. Departamento de Farmacia.
- Ramírez, L. (2008). Evaluación del rendimiento de extracción y caracterización del aceite fijo de café tostado tipo genuino antigua obtenido por el proceso de prensado. Universidad de San Carlos de Guatemala. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química.
- Rath, S., Nayak, K., Pradhan, C., Mohanty, T., Sarkar, S., Mohanta, K. N., Paul, B. N., & Giri, S. (2014). Evaluation of processed rain tree (*Samanea saman*) pod meal as a non-conventional ingredient in the diet of *Catla catla* fry. *Animal Nutrition and Feed Technology*, 17(2), 323–332.
- Riba, J. R., Esteban, B., Baquero, G., Puig, R., & Rius, A. (2010). Caracterización de las propiedades físicas de aceites vegetales para ser utilizados como carburante en motores diesel. *Afinidad*, 67(546), 100–106.
- Rivera, C.; Cardona, L.; Muñoz, L.; Gómez, D.; Passaro, C.; Quinceno, J. (2016). Guía De Extracción Por Fluidos Supercríticos: Fundamentos Y Aplicaciones. Servicio Nacional de Aprendizaje nacional SENA.
- Rodenbush C.M., Hsieh, F.H., Viswanath, D.S. (1999). Density and Viscosity of Vegetable Oils. *Journal of the American Oil Chemist's Society* 76 (12), 1415-1419.
- Rojas, K. (2019). Obtención y extracción de aceites vegetales. Universidad Nacional De Educacion Enrique Guzmán y Valle. Facultad de Agropecuaria y Nutrición. Escuela Profesional de Industria Alimentaria Y Nutrición
- Rojas Rodríguez, Freddy.; Torres Córdoba, G. (2014). *Cenízaro*. REVISTA FO. 27,

70–72.

- Ruiz, P. (2002). Aplicación del dióxido de carbono supercrítico al procesado de alimentos: nata, subproductos del refinado de aceites vegetales y zumo de naranja. Universidad Complutense de Madrid. Facultad de Farmacia. Departamento de Nutrición y Bromatología.
- Sánchez, I.; Figueroa, M. (2013). Extracción y caracterización fisicoquímica de aceite fijo obtenido por Expresión de 5 especies nativas y cultivadas en Guatemala: *Crescentia cujete* (Morro), *Mammea americana* (Mamey), *Pachira aquatica* (Zapotón), *Cucumis melo* (Melón) y *Acrocomia mexicana*. Universidad de San Carlos de Guatemala. Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia
- Sánchez, P. (2003). Procesos de elaboración de alimentos y bebidas. Vicente Ediciones, Madrid
- Serna, L. & López, S. (2010). Actualización del manual del laboratorio de análisis de alimentos del programa de tecnología química de la universidad tecnológica de Pereira. Universidad Tecnológica de Pereira. Facultad de Tecnología. Escuela de Química. Programa de Química.
- SERRANO M, H.; CALLE R, V. 2014. Lípidos : Características principales y su metabolismo. *Revista de actualización clínica* 41:2142 – 2145
- Shahidi, F. (2005). *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*. (6ta. ed.). John Wiley and Sons, Inc. California, USA
- Skoog, Douglas; Holler, James; NIEMAN Timothy. (2008) *Principios de análisis instrumental*. Ed. 6. Editorial Mcgraw-hill. Madrid
- Staples, G. & Elevitch, C. (2006). *Samanea saman* (rain tree). *Species Profiles for Pacific Island Agroforestry*, 2(1), 5-20.
- Toro, N. & Suárez, L. (2012). Obtención y caracterización del aceite de las semillas de *Vitis labrusca* L. (uva isabella) y evaluación de su actividad antioxidante. Universidad Tecnológica de Pereira. Facultad de Tecnología. Escuela de Química. Programa de Química.

- Torres, A. (2018). Extracción de aceite a partir de semilla de granadilla (*Passiflora ligularis*) por prensado en frío y solvente orgánico. Universidad Señor de Sipán. Facultad De Ingeniería, Arquitectura y Urbanismo. Escuela Académico Profesional de Ingeniería Agroindustrial y Comercio Exterior.
- Torres, C.; Londoño, J; Hincapié, S. (2013). Extracción y caracterización de aceite de pescado derivado de subproductos de trucha arco iris (*Oncorhynchus mykiss*). *Jouernal of Agriculture and Animal Sciences*, 2(2), 157–170.
- Tórrez, H. (2015). Estudio preliminar de la compoisicion de los acidos grasos de los productos lacteos elaborados en nicaragua por cromatografia de gases con columna capilar. Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua. Departamento de Química.
- Turégano, C.; 2011. NORMA MEXICANA: NMX-F-114-SCFI-2011. Aceites y grasas Animales y Vegetales: Determinación del punto de fusión - método de prueba. Ciudad de México D.F
- Turégano, C.; 2012. NORMA MEXICANA: NMX-F-116-SCFI-2012. Aceites y grasas Animales y Vegetales: Determinación de color - método de prueba. Ciudad de México D.F.
- Uzoukwu, A. E.; Ubbaonu, C. N.; Nwosu, J.N; Ogueke, C. C. Chukwu, M. N. (2020). The Anti-Nutritional and Proximate Composition of Rain Tree (*Samanea saman*) Pod Samples. *Agriculture and Food Sciences Research*. 7(1). 28-37. DOI: 10.20448/journal.512.2020.71.28.37.
- Valderrama, J. (1994). Industrialización de la higuera o planta de ricino parte II: extracción de aceite. *Información tecnológica*, 5(3), 91-97.
- Valenzuela, A., Yáez, C., & Constanza, V. (2010). ¿Mantequilla O Margarina? Diez Años Despues. *Revista Chilena de Nutricion*, 37(4), 505–513.
- Vega, A. (2004). Guía para la elaboración de aceites comestibles, caracterización y procesamiento de nueces. (C. A. Bello, Ed.) Bogotá
- Velásquez, A. (2008). La tecnología de fluidos supercríticos, un proceso limpio para

el sector industrial. *Producción más limpia*, 3(2), 98-104.

Velásquez, G. (2006). Fundamentos de la Alimentación Saludable. Universidad de Antioquia.

WADE, Leroy. (2007). Química orgánica: Estructura y propiedades de las moléculas orgánicas. 5 Ed. college editorial Pearson. Madrid

Zamora, N., Gonzáles, j. & Poveda, I. 1999. Árboles y arbustos del bosque seco de costa rica. Instituto Nacional De Biodiversidad. Costa Rica.

Zuñiga, G. (2007). Análisis fisicoquímico y evaluación del rendimiento de extracción del aceite de semilla de morro (*Crescentia alata HBK*) proveniente de las regiones de estanzuela, zacapa y san agustin acasaguastlán, el progreso. Universidad de San Carlos de Guatemala. Escuela de Ingeniería Química.